Universidade Federal de Sergipe
Centro de Ciências Exatas e Tecnologia
Departamento de Química

DISCIPLINA
106372 – LABORATÓRIO DE QUÍMICA

MANUAL DE INSTRUÇÕES E ROTEIROS DE EXPERIMENTOS

Prof. Dr. Alberto Wisniewski Jr.
Prof[a]. Dr[a]. Maria de Lara P. M. Arguelho Beatriz

ARACAJU
2011
1º SEMESTRE

SUMÁRIO

	Programa da disciplina	01
	Instruções Gerais	03
1.	Experimento 1: Introdução ao laboratório.	04
2.	Experimento 2: Destilação Fracionada	20
3.	Experimento 3: Identificação de elementos e espectro de emissão.	26
4.	Experimento 4: Entalpia de Neutralização	28
5.	Experimento 5: Tensão Superficial	32
6.	Experimento 6: Calibração de instrumentação analítica.	36
7.	Experimento 7: Preparo e padronização de soluções e mistura de soluções.	41
8.	Experimento 8: Constante de solubilidade e efeito do íon comum	48
9.	Experimento 9: Preparo e verificação das propriedades de solução Tampão	51
10.	Experimento 10: Determinação Gravimétrica	52
11.	Experimento 11: Reações Químicas	58
12.	Experimento 12: Reações Redox	63
13.	Anexos	68

Universidade Federal de Sergipe
Centro de Ciências Exatas e Tecnologia
Departamento de Química

A. PROGRAMA DA DISCIPLINA

Identificação			
Matéria de Ensino	Química	**Código**	162
Disciplina	Lab. de Química	**Código**	106372
Pré-requisitos		**Carga horária**	60
PEL	0.00.4	**Créditos**	04

Ementa

Segurança de laboratório. Elaboração de relatórios. Vidrarias e equipamentos. Descarte e armazenamento de resíduos. Utilização e manuseio de balanças. Tipos de filtrações. Determinação de propriedades físicas: ponto de fusão, ponto de ebulição, densidade e solubilidade. Destilação: simples e fracionada. Extração e recristalização. Evidências de reações químicas. Preparo de soluções. Técnica de padronização de soluções.

Objetivos

Iniciar o aluno as práticas e rotinas das atividades desenvolvidas em laboratório correlacionados com a teoria de fundamentação da química.

Conteúdo Programático

Universidade Federal de Sergipe PROGRAD/DAA	Disciplina: 106372-T3 LAB. DE QUÍMICA	PERÍODO:2011/1	***Conteúdo Ministrado***
	Professores: ALBERTO WISNIEWSKI JR. E MARIA DE LARA P. M. ARGUELHO BEATRIZ	Créditos: 04	

Data	Tipo(*)	N. Aulas	Assunto
23/03	**L**	**4**	**Experimento 1: Segurança de Laboratório; Vidrarias e equipamentos; Utilização e manuseio de balanças; Ferramentas de pesquisa científicas (web). Descarte e armazenamento de resíduos; Elaboração de relatórios. (Prof. Alberto e Prof[a.] Lara)**
30/03	**L**	**4**	**Seminários sobre segurança em laboratório e resíduos de laboratório (artigos científicos) (Prof. Alberto e Prof[a.] Lara)**
06/04	**L**	**4**	**Experimento 2: Destilação fracionada. (Prof. Alberto)**
13/04	**L**	**4**	**Experimento 3: Identificação de elementos e espectro de emissão. (Prof. Alberto)**
20/04	**L**	**4**	**Experimento 4: Entalpia de Neutralização. (Prof. Alberto)**
27/04	**L**	**4**	**Experimento 5: Determinação da Tensão superficial. (Prof. Alberto)**
04/05	**L**	**4**	**Experimento 6: Calibração de instrumentação analítica. (Prof. Alberto)**
11/05	**L**	**4**	**Avaliação (Prof. Alberto)**
18/05	**L**	**4**	**Experimento 7: Preparo e padronização de soluções e Mistura de soluções. (Prof[a.] Lara)**
25/05	**L**	**4**	**Experimento 8: Constante de solubilidade e efeito do íon comum. (Prof[a.] Lara)**
01/06	**L**	**4**	**Experimento 9: Preparo e verificação das propriedades de soluções Tampão. (Prof[a.] Lara)**
08/06	**L**	**4**	**Experimento 10: Determinação Gravimétrica; (Prof[a.] Lara)**
15/06	**L**	**4**	**Experimento 11: Reações Químicas. (Prof[a.] Lara)**
22/06	**L**	**4**	**Experimento 12: Reações redox. (Prof[a.] Lara)**
06/07	**L**	**4**	**Avaliação (Prof[a.] Lara)**

PROFESSOR(a) CHEFE DO DEPARTAMENTO

(*) TIPO: P – Preleção E – Exercício L – Laboratório

Metodologia

A disciplina será ministrada através de aulas práticas. Os conceitos e todo desenvolvimento do curso serão trabalhados em laboratório, mas os alunos podem recorrer ao professor para tirar dúvidas em horários predeterminados extra-classe. As avaliações teóricas ocorrerão nas datas previstas no Conteúdo Programático.

Recursos Didáticos

Os recursos didáticos que poderão ser utilizados para ministrar o conteúdo da disciplina são: retroprojetor e/ou datashow e/ou quadro e giz e/ou lista de exercícios e/ou artigos científicos bem como qualquer outro recurso didático-pedagógico que julgar necessário.

Forma de Avaliação

A média final será compostas pela média de 3 notas (**N1**; **N2**; e **N3**), onde:
N1 = Nota da primeira avaliação teórica;
N2 = Nota da segunda avaliação teórica;
N3 = [(Média da **N**ota dos **R**elatórios)+(**N**ota **S**eminário)+(**N**ota de **P**articipação)] / 3.
Composição da média final (**MF**):

$$MF = \left(\frac{N1+N2+N3}{3}\right) \; ; \; N3 = \frac{\left(\frac{\sum_{i=1}^{n} Ri}{n}\right)+NS+NP}{3}$$

Referências Bibliográficas

1. Bibliografia Básica

SKOOG, Douglas A.; WEST, Donald M.; HOLLER, F. James; CROUCH, Stanley R. Fundamentos de química analítica. São Paulo: Thomson, Cengage Learning, 2006. 999 p. Número de Chamada: 543 F981q

HARRIS, Daniel C. Análise química quantitativa. 6. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2003. 876 p. Número de Chamada: 543.062 H313a 6. ed.

MORITA, Tokio; ASSUMPÇÃO, Rosely Maria Vegas. Manual de soluções, reagentes e solventes: padronização, preparação e purificação. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2007. 675 p. ISBN 9788521204145. Número de Chamada: 54-4 M862m 2. ed.

ABNT. NBR 14724: informação e documentação: trabalhos acadêmicos: apresentação. Rio de Janeiro, 2002. 6 p.

ANDRADE, M. M. Introdução à metodologia do trabalho científico: elaboração de trabalhos na graduação. 6. ed. São Paulo: Atlas, 2003. 174 p. Número de Chamada: 001.8 A553i 6. ed.

2. Bibliografia Complementar

VOGEL, Arthur Israel. Vogel's textbook of practical organic chemistry. 5. ed. England: Addison Wesley Longman, 1998. 1.514p. Número de Chamada: 547.1 V879v 5. ed.

B. INSTRUÇÕES GERAIS

B.1. Atividades pré e pós-laboratório

Conforme o cronograma de aulas que o aluno recebe, o mesmo deve ler previamente e com atenção as atividades pertinentes do dia, familiarizando-se com as práticas e técnicas que serão empregadas, compreendendo os objetivos da atividade que será realizada, e identificando os avisos de advertência com relação a segurança durante os trabalhos.
Cada experimento descrito neste manual apresenta uma "atividade pré-laboratório", que deverá ser apresentada OBRIGATÓRIAMENTE ao professor no início da aula. Fica a critério do professor a realização de testes pré ou pós atividades, que consistirá de questão (ões), relacionada ao assunto em pauta.

B.2. Atividades em laboratório

Estará apto a realizar a atividade de laboratório, o aluno que OBRIGATÓRIAMENTE estiver de GUARDA-PÓ, de posse do CADERNO DE LABORATÓRIO e do MANUAL DE INSTRUÇÕES E ROTEIROS DE EXPERIMENTOS da disciplina.
Os experimentos poderão ser realizados individualmente ou em equipe, conforme orientação do professor.
O horário de início das atividades será estabelecido pelo professor, sendo a ele tolerado um atraso de 5 minutos. Após este prazo a nota de comportamento será penalizada.

B.2.1. Relatório parcial

Ao final do experimento o aluno, ou a equipe, deverá apresentar um relatório parcial da atividade realizada. O relatório deverá ser escrito a caneta, de forma legível, objetiva e concisa em folha de papel A4, frente e verso.
O relatório deverá ser conter: Identificação (instituição, depto., curso, nome e data), Título, Objetivos Específicos, Resultados e Discussão e Conclusão (vide item 1.5).

Modelo

Universidade Federal de Sergipe – UFS
Centro de Ciências Exatas e Tecnologia – CCET
Departamento de Química - DQI
Disc. Lab. de Química
Prof. Alberto Wisniewski Jr.
Profa. Maria de Lara P. M. Arguelho Beatriz
Alunos: _____; _____; _____.
Experimento: Data: / /

Título: uma a duas linhas.

Objetivos específicos: apresentar na forma de itens.

Resultados e Discussão: discutir o que foi realizado, apresentar os resultados e discutir os resultados.

Conclusão: com base na proposta do experimento, concluir se o objetivo principal foi alcançado.

1. EXPERIMENTO 1

Título: Introdução ao trabalho de laboratório Tratamento dos resultados obtidos / Limpeza de vidrarias e descarte de resíduos.

1.1. NOÇÕES ELEMENTARES DE SEGURANÇA:

1.1.1. Normas de Segurança:

A ocorrência de acidentes em laboratório, infelizmente, não é tão rara como possa parecer. Com a finalidade de diminuir a freqüência e a gravidade desses eventos, torna-se absolutamente imprescindível que durante os trabalhos realizados em laboratório se observe uma série de normas de segurança:

- Siga rigorosamente as instruções específicas do professor.
- Localize os extintores de incêndio e familiarize-se com o seu uso.
- Certifique-se do bom funcionamento dos chuveiros de emergência.
- Não fume no laboratório.
- Use um avental apropriado.
- Nunca deixe frascos contendo solventes inflamáveis próximos à chama.
- Evite contato de qualquer substância com a pele. Seja particularmente cuidadoso quando manusear substâncias corrosivas como ácidos e bases concentrados.
- Todas as experiências que envolvem a liberação de gases e/ou vapores tóxicos devem ser realizadas na câmara de exaustão (capela).
- Sempre que proceder à diluição de um ácido concentrado, adicione-o lentamente, sob agitação sobre a água, e não o contrário.
- Ao aquecer um tubo de ensaio contendo qualquer substância, não volte à extremidade aberta do mesmo para si ou para uma pessoa próxima.
- Não jogue nenhum material sólido dentro da pia ou nos ralos.
- Sempre que possível, trabalhe com óculos de proteção.
- Ao introduzir tubos de vidro em rolhas, umedeça-os convenientemente e enrole a peça de vidro numa toalha para proteger as mãos.
- Quando for testar um produto químico pelo odor, não coloque o frasco sob o nariz. Desloque com a mão, para a sua direção, os vapores os vapores que se desprendem do frasco.
- Dedique especial atenção a qualquer operação que necessite aquecimento prolongado ou que desenvolva grande quantidade de energia.
- Ao se retirar do laboratório, verifique se as torneiras (água ou gás) estão fechadas. Desligue todos os aparelhos e deixe todo o equipamento limpo.

1.1.2. Acidentes mais comuns em laboratório e primeiros socorros:

- **Queimaduras**:

a) Queimaduras causadas por calor seco (chamas e objetos aquecidos):
No caso de queimaduras graves, elas devem ser cobertas com gaze esterilizada umedecida com solução aquosa de bicarbonato de sódio a 5%. No caso de queimaduras leves, aplicar pomada de picrato de butesina.
b) Queimaduras causadas por ácidos:
Lavar imediatamente o local com água em abundância, durante cerca de cinco minutos. Em seguida, lavar com solução de bicarbonato de sódio e novamente com água. Secar, aplicando então mertiolate.
c) Queimaduras causadas por álcalis:
Lavar a região atingida imediatamente com bastante água, durante cinco minutos. Tratar com solução de ácido acético 1% e novamente lavar com água. Secar a pele e aplicar mertiolate.

- **Ácidos nos olhos:**

  Nos laboratórios, existem lavadores de olhos acoplados aos chuveiros de emergência. A lavagem deve ser feita por quinze minutos, após o que se aplica solução de bicarbonato de sódio 1%.

- **Álcalis nos olhos:**

  Proceder como no item anterior, apenas substituindo a solução básica de bicarbonato por solução de ácido bórico a 1%.

- **Intoxicações por gases:**

  Remover a vítima para um ambiente arejado, deixando-a descansar.

- **Ingestão de substâncias tóxicas:**

  Administrar uma colher de sopa de “antídoto universal”, que é constituído de: duas partes de carvão ativo, uma de óxido de magnésio e uma de ácido tânico.

1.2. ALGARISMOS SIGNIFICATIVOS

Todas as medidas de uma propriedade físico-química estão afetadas por uma incerteza, chamada em geral erro, desvio ou imprecisão da medida. Por isso, os resultados das medidas devem ser expressos de modo tal que se possa avaliar a precisão com que elas foram feitas (ou calculadas). Portanto, o número que representa a medida de uma propriedade não pode ter uma quantidade qualquer de algarismos, ele deve conter apenas algarismos que

representem realmente a precisão com que a medida foi feita, ou seja, todos os algarismos devem ter um significado. Introduzimos assim o conceito de algarismos significativos, procurando indicar que nem todos os algarismos que aparecem na representação de uma medida ou no resultado de uma operação matemática tem significado científico.

Quando se escreve, 6,41mL, quer-se dizer que a imprecisão (a dúvida da medida de volume) está no último algarismo "1". É errado escrever que 6,41mL= 6,410 mL, pois neste último caso a dúvida está no milésimo de centímetro e não em centésimo como no primeiro caso.

A situação se complica um pouco se aparecem zeros no início ou no fim do número. Os zeros que aparecem no início não são significativos pois indicam simplesmente a posição da vírgula. Assim, 0,003702 e 0,3702 têm o mesmo número de algarismos significativos (4): 3, 7, 0 e 2. Às vezes (não é sempre), os zeros que aparecem como últimas cifras indicam apenas a ordem de grandeza. Por exemplo, 74000 poderia ter apenas dois algarismos significativos (7 e 4) e os três zeros indicam o milhar. Ou então, temos de fato cinco algarismos significativos: 7, 4, 0, 0 e 0. Para evitar confusões, costuma-se escrever o número em potências de 10: $74x10^3$ significa que temos dois algarismos significativos. Se os algarismos significativos fossem cinco, dever-se-ia escrever: 74000. O uso de potência de 10 é indispensável quando tratamos com grandezas muito pequenas ou muito grandes: $6,022x10^{23}$, $6,63x10^{-34}$ j.s. etc. Portanto, quando se escreve um número em potência de 10, o primeiro fator deve indicar os algarismos significativos e o segundo nos diz de quantos zeros se deve deslocar a vírgula.

Para se saber quantos algarismos significativos existem em um número que expressa a medida de uma propriedade, deve-se proceder assim:

i. O algarismo que fica mais à esquerda, diferente de zero, é o mais significativo,
ii. Se não há vírgula, o algarismo que fica mais à direita, diferente de zero, é o algarismo menos significativo,
iii. Se há vírgula, o último algarismo da direita é o menos significativo, mesmo que ele seja zero,
iv. Todos os algarismos entre o mais e o menos significativo são significativos.

Durante os cálculos, pode-se trabalhar com um algarismo a mais, mas ao se apresentar o resultado final, deve-se usar o número correto de algarismos significativos, obedecendo às seguintes regras:

- se o algarismo a ser cortado for maior que 5, soma-se 1 ao algarismo anterior;
- se o algarismo a ser cortado for menor que 5, o algarismo anterior mantém-se inalterado;
- se o algarismo a ser cortado for igual a 5, soma-se 1 ao anterior se ele for ímpar, mantendo-o inalterado se for par.

1.2.1. Algarismos significativos em cálculo numérico

Determinar o número de algarismos significativos apropriados em um resultado de uma combinação aritmética de dois ou mais números requer cuidado. Desta forma, deve-se fazer as contas com todos os algarismos e no final eliminar os não significativos, conforme as regras abaixo:

Tabela 1.1. Exemplos da determinação dos algarismos significativos.

Multiplicação	Divisão	Subtração e adição
1,2 x 1,2 = 1,4	3,6 / 1,2 = 3,0	23.441,00 + 57,71 + 1,001 + 0,0032 + 211,01= 23.710,71
5 x 5 = 25	36 / 9 = 4	

Seguem algumas dicas:

- Expresse os dados em notação científica para evitar confusão quanto aos zeros terminais serem ou não significativos.
- Para expressar a regra prática ou empírica, para adição e subtração, o resultado deve conter o mesmo o mesmo número de casas decimais do número com menor número de casas decimais.
- Para somar e subtrair números descritos em notação científica expresse os números na mesma potência de 10.

1.2.2. Unidades e medidas

As experiências de laboratório em química, assim como em outras ciências quantitativas, envolvem muito freqüentemente medidas de massa e volume, que são posteriormente utilizadas em cálculos.

1.2.2.1. Medidas

Sempre que uma medida é efetuada, deve-se levar em consideração uma incerteza a ela inerente. A incerteza de uma medida é muitas vezes limitada pelo equipamento que é utilizado na sua obtenção. Por exemplo: a massa de um objeto medida em uma balança auxiliar é 2,31 g (a incerteza encontra-se na segunda casa decimal) e a massa deste objeto medida em uma balança analítica é 2,3145 g (a incerteza encontra-se na quarta casa decimal).

A exatidão de uma medida descreve a proximidade de um valor medido experimentalmente (xi) com do valor verdadeiro ou aceito como verdadeiro (xv) e é dada pelo erro absoluto (E):

$$E = xi - xv$$

A precisão de uma medida se refere à concordância entre várias medidas de uma mesma grandeza. A precisão pode ser estimada pelo desvio padrão (*s*), calculado como indicado:

$$s = \sqrt{\frac{\Sigma(xi - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Onde n é o número de medidas feitas, xi é o valor de cada medida, $\bar{x}$ é o valor médio das medidas dado:

$$\bar{x} = \frac{x1 + x2 + \cdots + xi}{n} = \frac{\Sigma xi}{n}$$

As medidas podem ser exatas e precisas (ideal), podem ser exatas sem serem precisas, podem ser precisas sem serem exatas e podem nem ser exatas e nem precisas. Nos três últimos casos, isto ocorre devido a erros experimentais.

A precisão de uma medida pode ser melhorada aumentando-se o número de determinações de uma medida.

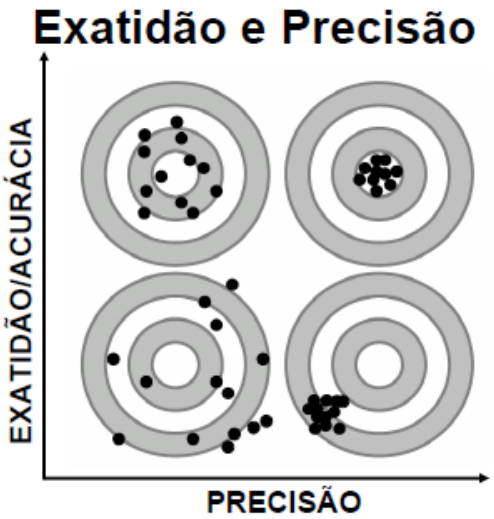


Figura 1.1. Ilustração da exatidão e precisão utilizando a distribuição de dardos como modelo.

1.2.3. Unidades de Medidas

Os cientistas de todos os campos de conhecimento, adotam um sistema padronizado de medidas, conhecido como **Sistema Internacional de Unidades (SI).** Esse sistema está baseado nas sete unidades fundamentais apresentadas na Tabela 1.2.

Para expressar quantidades pequenas e grandes, em termos de poucos dígitos, são utilizados prefixos juntamente com as unidades básicas (Tabela 1.3).

Tabela 1.2. Unidades básicas do sistema internacional.

Quantidade física	Nome da unidade	Abreviação
Massa	Quilograma	kg
Comprimento	Metro	m
Tempo	Segundo	s
Temperatura	kelvin	K
Quantidade de substância	Mol	mol
Corrente elétrica	Ampère	A
Intensidade luminosa	candela	cd

Tabela 1.3. Principais prefixos utilizados nas unidades quantitativas de análise.

Prefixo	Fator	Decimal equivalente	Abreviação
kilo	10^{3}	1000	k
hecto	10^{2}	100	h
deca	10^{1}	10	da
deci	10^{-1}	0,1	d
centi	10^{-2}	0,01	c
mili	10^{-3}	0,001	m
micro	10^{-6}	0,000001	µ
nano	10^{-9}	0,000000001	n
pico	10^{-12}	0,000000000001	p

1.2.4. Medidas de Volume – Vidraria Volumétrica

A unidade do volume é o litro (L), definido como decímetro cúbico (dm^3). Para se efetuar medidas de volume, faz-se necessário a utilização de pipetas, provetas e buretas. As medidas de volume com esses instrumentos são feitas comparando-se o nível do líquido com os traços marcados na parede do recipiente. Nestes instrumentos ocorre uma concavidade com o líquido, que recebe a denominação de menisco. Para medidas pouco precisas usa-se a proveta, enquanto, para medidas precisas, devemos usar buretas, pipetas e balões volumétricos. As vidrarias precisas são calibradas pelo fabricante a uma temperatura padrão de 20° C, devendo-se, portanto, trabalhar, de preferência nesta temperatura para evitar desvios em virtude de dilatação do material que compõe a vidraria. Os vários tipos de aparelhos podem ser classificados em duas categorias:

a) Aparelhos calibrados para dar escoamento a determinados volumes, indicado pelo fabricante como TD (to deliver): pipetas e buretas.

b) Aparelhos calibrados para conter um volume líquido, indicado pelo fabricante como TC (to contain): balões volumétricos.

As medidas de volumes líquidos com qualquer dos referidos aparelhos estão sujeitas a uma série de erros devido às seguintes causas:

a) Ação da tensão superficial.

b) Dilatações e contrações provocadas pelas variações de temperatura.

c) Imperfeita calibração dos aparelhos volumétricos.
d) Erros de paralaxe.

A leitura de volume de líquidos claros deve ser feita pela parte inferior do menisco e a de líquidos escuros pela parte superior, como mostra a Figura 3.2, para que sejam evitados os erros de paralaxe. A leitura do nível de líquidos claros deve ser feita na parede inferior do menisco, estando a linha de visão V do operador perpendicular a escala graduada do equipamento. Já a leitura de líquidos escuros deve ser feita pela parte superior para que sejam evitados erros de paralaxe.

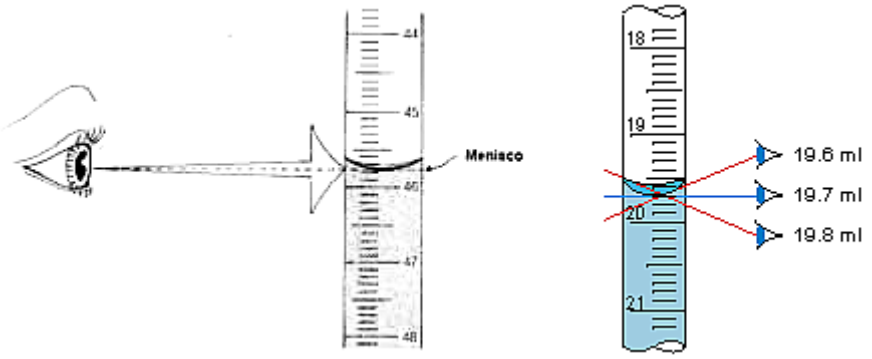


Figura 1.2. método apropriado para ler um menisco em instrumento graduado.

1.2.5. Medidas de Massa - Balanças

As balanças são instrumentos adequados para medir massas. As balanças de laboratório mais utilizadas são as balanças analíticas: (i) as macrobalanças tem capacidade máxima que varia entre 160 a 200 g e precisão de ± 0,1 mg, (ii) as semimicroanalíticas tem capacidade máxima que varia entre 10 a 30 g e precisão de ± 0,01 mg, e as (ii) as microanalíticas tem capacidade máxima que varia entre 1 a 3 g e precisão de ± 0,001 mg. Existem ainda balanças com menor precisão que as analíticas, são as balanças auxiliares (precisão de cerca de 1 mg). Estas balanças auxiliares devem ser usadas sempre que não for necessária uma elevada sensibilidade.

O manuseio de uma balança requer muito cuidado, pois são instrumentos delicados e caros. Quando de sua utilização, devem ser observados os seguintes cuidados gerais:

* não colocar os reagentes diretamente sobre o prato da balança;

* os objetos a serem pesados devem estar limpos, secos e à temperatura ambiente;

* a balança deve ser mantida travada caso não estiver sendo utilizada;

* nas balanças analíticas, os objetos devem ser colocados e retirados com a pinça e não com as mãos;

* o operador não deve se apoiar na mesa em que a balança está colocada,

* conserve a balança sempre limpa, retirando qualquer respingo, partículas ou poeira de seus pratos com uma escova especial;

* execute todas as operações com movimentos suaves e cuidadosos;

* ao terminar seu trabalho, remova todos os objetos da balança. Mantenha-a coberta ou fechada. No caso de balanças eletrônicas, tenha a certeza de que ela esteja desligada.

BIBLIOGRAFIA

GESBRETCHT, E. *et al*. *Experimentos de Química, técnicas e conceitos básicos*. Editora moderna Ltda.: São Paulo, 1979.

MITCHELL, R. S. A laboratory skills test: Determining students' ability to transfer specific volumes of liquid. *Journal of Chemical Education*, 1991, 68(11), 941.

SKOOG, D. A, *et al*, Fundamentos de Química Analítica, Editora Pioneira Thomson Learning: São Paulo, 2006.

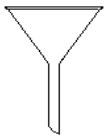
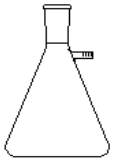
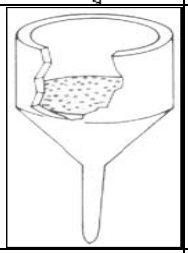
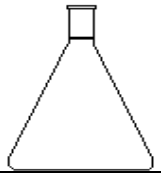
1.3. MATERIAL DE LABORATÓRIO

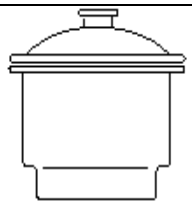
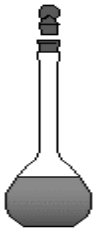
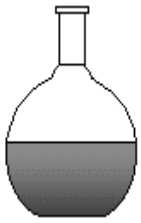
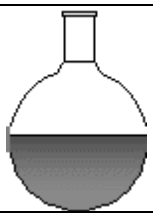
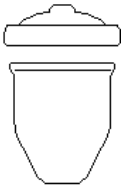
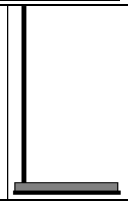
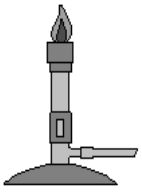
1.3.1. Principais materiais

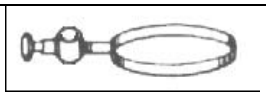
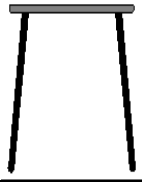
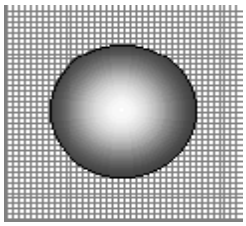
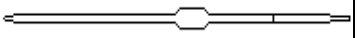
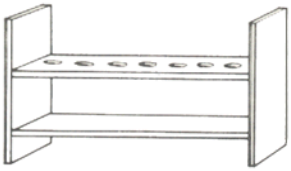
O Laboratório Químico é um lugar especialmente planejado para que seus usuários executem um trabalho eficiente, contendo: bancada ampla e resistente ao ataque de substâncias químicas, boa iluminação, fontes acessíveis de água, gás, eletricidade, área especial para manipulação de gases tóxicos, etc. Além de toda essa estrutura citada, deve-se relevar também, a importância dos recipientes e equipamentos. Estes possuem funções importantes e específicas de acordo com a Tabela 4.

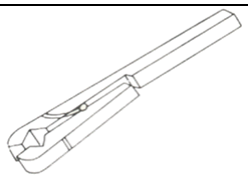
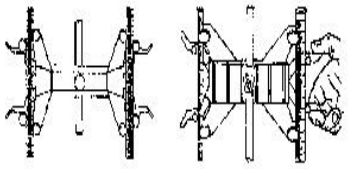
Tabela 1.4. Principais vidrarias e aparatos utilizados nos laboratórios.

Ilustração	Função
Tubo de Ensaio	Tubos fechados em uma das extremidades, utilizados para conter pequenas quantidades de material sólido ou líquido na realização de testes e reações químicas. A transparência permite a perfeita observação dos fenômenos que ocorrem. Podem ser aquecido cuidadosamente com movimentos circulares e diretamente sob a chama do **BICO DE BUNSEN**.
Béquer	É de uso geral em laboratório. Serve para fazer reações entre soluções, dissolver substâncias sólidas e efetuar reações de precipitação. Feitos de

	vidro Pyrex, resistem bem ao aquecimento, quando feito sobre a **TELA DE AMIANTO**, ao resfriamento e ataque por drogas químicas. São recipientes de fácil limpeza.
 **Funil de haste longa**	Apresenta duas aplicações importantes: na transferência de líquidos para frascos de boca estreita ou em filtração, para suportar o papel poroso (papel de filtro) destinado a reter as partículas grosseiras, em suspensão na mistura sólido-líquido a ser separada.
Kitassato 	Usado para filtração à pressão reduzida. É utilizado em conjunto com o funil de Buchner para filtrações à vácuo.
Funil de separação	Utilizado na separação de líquidos não miscíveis e na extração líquido/líquido.
Funil de Buchner 	Utilizado em filtrações a vácuo. Pode ser usado com a função de **FILTRO** em conjunto com o **KITASSATO**.
Vidro de relógio	Peça de Vidro de forma côncava é usada em análises e evaporações. Não pode ser diretamente aquecida.
Condensador	Tem como finalidade condensar vapores gerados pelo aquecimento de líquidos.
Erlenmeyer 	Utilizado em titulações, aquecimento de líquidos e para dissolver substâncias e proceder às reações entre soluções.

 **Dessecador**	É um recipiente grande provido de tampa bem ajustada, destinado a manter atmosfera anidra. Para tal, o compartimento inferior é carregado com agente dessecante, como $CaCl_2$ anidro ou sílica-gel. Usado para secagem e proteção contra umidade de materiais higroscópicos; cadinhos quando aquecidos podem ser resfriados em seu interior, para posterior secagem, etc...
Balão volumétrico 	Possui volume definido e é utilizado para o preparo de soluções em laboratório. Não se deve armazenar solução em balão volumétrico.
Balão de fundo chato 	Utilizado como recipiente para conter líquidos ou soluções, ou mesmo, fazer reações com desprendimento de gases. Pode ser aquecido sobre o **TRIPÉ** com **TELA DE AMIANTO**.
Balão de fundo redondo 	Utilizado principalmente em sistemas de refluxo e evaporação a vácuo, acoplado a **ROTAEVAPORADOR**.
Cadinho 	Geralmente de porcelana é usado para aquecer substâncias a seco e com grande intensidade, por isto pode ser levado diretamente ao bico de bunsen ou em fornos (mufla) a altas temperaturas.
Almofariz com pistilo	Usado na trituração e pulverização de sólidos.
Suporte Universal 	Utilizado em operações como: filtração, suporte para condensador, bureta, sistemas de destilação etc. Serve também para sustentar peças em geral.
Bico de Bunsen 	É a fonte de aquecimento mais utilizada em laboratório.
	Usado como suporte do funil em filtração

 **Anel**	
Tripé 	Sustentáculo para efetuar aquecimentos de soluções em vidrarias diversas de laboratório. É utilizado em conjunto com a tela de amianto.
 **Tela de amianto**	Suporte para as peças serem aquecidas. O amianto é uma fibra natural sintética, largamente utilizado na indústria devido a suas propriedades físico-químicas: Alta resistência mecânica e a elevadas temperaturas, incombustibilidade, boa qualidade isolante, durabilidade, flexibilidade, indestrutibilidade, resistente ao ataque de ácidos, álcalis e bactérias. A função do amianto é distribuir uniformemente o calor recebido pelo bico de Bunsen. É extraído fundamentalmente de rochas compostas de silicatos hidratados de magnésio, onde apenas de 5 a 10% se encontram em sua forma fibrosa de interesse comercial.
Bureta	Aparelho utilizado em análises volumétricas.
Pipeta graduada	Utilizada para medir pequenos volumes. Mede volumes variáveis. Não pode ser aquecida.
 **Pipeta volumétrica**	Usada para medir e transferir volume de líquidos. Não pode ser aquecida, pois possui grande precisão de medida.
Proveta	Serve para medir e transferir volumes de líquidos. Não pode ser aquecida.
 **Estante ou grade**	É usada para suporte de os **TUBOS DE ENSAIO**

Garra de condensador	Usada para prender o condensador à haste do suporte ou outras peças como balões, erlenmeyers etc.
 **Pinça de madeira**	Usada para prender o **TUBO DE ENSAIO** durante o aquecimento.
Pinça metálica	Usada para manipular objetos aquecidos.
 **Garra dupla**	Utilizada para fixar buretas.
Pisseta	Usada para lavagens de materiais ou recipientes através de jatos de água, álcool ou outros solventes.

1.3.2. Limpeza de vidrarias

Toda a vidraria utilizada em uma análise química deve estar perfeitamente limpa antes do uso, pois a presença de substâncias contaminantes pode induzir erros no resultado final da análise.

Existem vários métodos para o procedimento de limpeza de vidrarias, mas geralmente é lavada com o auxílio de escovas e solução de detergente neutro, enxaguados com água corrente (torneira) e posteriormente três vezes com água pura (destilada ou deionizada) secando em um local protegido da poeira ou em estufas de secagem (exceto vidrarias volumétricas).

1.3.3. Água para uso laboratorial

O trabalho de análise química envolve o consumo de quantidades consideráveis de água na lavagem de utensílios, preparo de soluções, extrações, lavagem de precipitados, etc. Porém, a água da “torneira” possui quantidades apreciáveis de Na^{+}, K^{+}, Ca^{2+}, Mg^{2+}, Fe^{2+}, Cl^{-}, SO_4^{2-} e CO_3^{2-}, que

contaminam ou podem interferir na correta quantificação de diversos procedimentos químicos. O grau de purificação das águas depende da análise a ser realizada, se os elementos de interesse tiverem grande concentração, é provável que somente a purificação por destilação seja suficiente. Para amostras com baixos teores dos elementos de interesse, exige-se a utilização de águas de ultrapureza.

1.3.3.1. Água destilada

É um processo pelo qual se evapora a água, em seguida resfria-se o vapor, obtendo novamente água líquida e pura. Para realizar a destilação, usa-se um destilador. O aquecimento provoca a vaporização da água, enquanto as outras substâncias ou impurezas permanecem no recipiente. Ao passar por um tubo de vidro resfriado com água corrente, o vapor d'água se condensa, transformando-se novamente em líquido. A destilação da água mediante a destilação remove as espécies contaminantes não-voláteis, inorgânicas ou orgânicas; os gases dissolvidos na água original, são liberados durante a destilação junto com o vapor d'água, e em parte, eliminado por ventilação. O dióxido de carbono e a amônia são os principais gases dissolvidos na água, sendo oriundos da água original ou formados por pirólise da matéria orgânica na destilação.

1.3.3.2. Água deionizada

Consiste no processo de remoção de grande parte dos íons presentes em água, através do uso de resinas com características catiônicas e aniônicas. Como a desmineralização da água consiste na remoção dos íons nela presente, o processo é também chamado de deionização.

O processo de desmineralização consiste em percolar a água original em colunas de resinas catiônicas na forma H^+ e aniônicas na forma OH^-, separadamente, ou então em uma só coluna que contenha estes dois tipos de resinas (leito misto). No Primeiro caso deve-se passar a água primeiramente pelas resinas catiônicas, pois estas são mais resistentes que a aniônica tanto química quanto fisicamente. Deste modo às resinas catiônicas podem proteger as aniônicas, funcionando como um filtro aparando certos constituintes danosos às resinas aniônicas.

1.4. DESCARTE DE RESÍDUOS

Assim como na produção industrial, o laboratório gera resíduos provenientes dos restos de amostras e produtos líquidos (aquosos e orgânicos) ou sólidos provenientes dos processos químicos, além de gases e vapores das reações e digestões, etc.

Em princípio, deve-se procurar reduzir ao mínimo a geração de resíduo, requisitando apenas o suficiente de amostras a serem utilizadas, e sempre que possível adotar métodos que utilizem o mínimo de reagentes. Neste aspecto, os métodos de análises mais modernos avançam nesta direção, utilizando

instrumentos cada vez mais sensíveis requerendo quantidades mínimas de amostras.

Em linhas gerais, segue-se o que fazer com alguns resíduos gerados em laboratório.

1.4.1. Descarte de gases ou vapores

Trabalhando corretamente, os gases gerados, vapores e névoa devem ser gerados dentro da capela ou sob coifa de captação. Captados pelo sistema, os gases e vapores são conduzidos pelos dutos até a atmosfera externa do laboratório.

Dentro de limites que a legislação permite, lançam-se os gases na atmosfera, porém empresas e instituições mais preocupadas com o ambiente instalam lavadores para gases ácidos ou básicos, ou filtros de leito de absorção para reter vapores orgânicos.

1.4.2. Descartes de líquidos

Ácidos e bases: Neutralizar com NaOH ou H_2SO_4 , respectivamente, utilizar papel indicador ou gotas de fenolftaleína, para garantir que o pH da solução resultante situe-se entre 6 e 8. Após a neutralização, descartar lentamente na pia sob água corrente.

Metais: Tratar com soda cáustica (NaOH + Na_2CO_3) em excesso. Descartar a mistura em resipientes apropriados para este fim que encontram-se laboratório.

Metais pesados: Requerem tratamento especial pela toxidez e rigidez na legislação vigente. Em princípio, deve-se removê-lo da solução precipitando, com acerto de pH conveniente ou fazendo adsorção com carvão ativo.

O mercúrio, de uso em praticamente todos os laboratórios, e presente nos termômetros, merece comentário à parte: É prática usual utilizar termômetro de mercúrio para indicar a temperatura em reações, estufas e incubadoras. Ocorre que, com grande facilidade, pode-se quebrar o bulbo gerando vapores de mercúrio. Neste caso deve-se providenciar ventilação exaustiva na sala, usar EPI, para remover o mercúrio fazendo amálgama com limalha de cobre, procedendo no recolhimento do mesmo num frasco com água para evitar evaporação.

1.4.3. Descartes de sólidos

Os resíduos sólidos são provenientes de vidrarias quebradas, frascos de reagentes, restos de amostras ou análises, materiais biológicos e material perfuro-cortante. Seguem alguns procedimentos:

- Deve-se ter um recipiente forrado com saco plástico para armazenagem de vidros destinados a reciclagem
- Os frascos de reagentes ou produtos tóxicos devem ser lavados, antes de sua armazenagem.
- Os metais perfuro-cortantes como agulhas, seringas devem ser descartados em recipiente especial (Descartex).

- Borra de metais pesados (sólido aderido ao papel de filtro), deverá ser armazenada e destinadas a empresas ou laboratórios de tratamento de resíduos.

É importante notar que alguns catálogos de reagentes já indicam procedimentos de como descartar resíduos dos produtos, ou através do código que constam no rótulo do frasco dos reagentes.

1.5. RELATÓRIOS

O desenvolvimento correto da prática, a precisão dos dados empíricos e o domínio teórico do assunto relacionado com a prática são alguns fatores essenciais para um bom desenvolvimento das disciplinas experimentais. No entanto é necessário apresentá-los em forma de texto organizado e lógico. Esse é o papel do relatório. Depois de realizada cada prática você terá que prepará-lo, em letra legível ou digitada e aguardar para posteriores cobranças por parte do professor. O relatório deve ser dividido em 05 seções básicas como mostramos abaixo:

Título da prática

Introdução

Deve situar o leitor no assunto a ser abordado. Faça uma breve descrição dos aspectos teóricos ou princípios envolvidos, preocupando-se em inserir nessa seção os seguintes aspectos:

- Princípios teóricos em que se baseia a prática;
- Relevância da prática;
- Objetivos da prática.

Procedimento Experimental

Descreva como o experimento foi feito incluindo, se for o caso, qualquer modificação no procedimento apresentado no roteiro. Escreva nessa seção apenas o que você executou “usando as mãos”. No relatório você deve apresentar o procedimento realizado de modo bem mais sucinto e objetivo do que o apresentado no roteiro, mas sem suprimir fatos ou atividades importantes.

Resultados e discussões

Trata-se da parte essencial do relatório. Descreva todas as observações feitas, os dados coletados e os cálculos, se necessário. Deve-se também discuti-los, baseando-se nos princípios teóricos envolvidos. Sempre que possível apresente as equações químicas relacionadas, explicando-as a partir de suas observações.

Na medida do possível, tente agrupar seus dados em tabelas, facilitando dessa maneira a compreensão e organização dos resultados. Nos cálculos

devem ser mostradas todas as equações envolvidas e aproximações se forem feitas.

Os gráficos devem seguir algumas normas:

- Coloque o título no gráfico, p. ex. ***Temperatura x Pressão***;
- Explicite as unidades de medidas nos eixos cartesianos;
- Use escala apropriada de modo que os dados fiquem adequadamente espaçados.

Conclusões

Aqui você deve, como o próprio nome sugere, concluir o relatório. Relacione suas conclusões com o objetivo apresentado na introdução. Comente sobre os pontos positivos e a eficiência da prática. Tente levantar possíveis erros e sugestões para otimização do experimento.

No final do relatório devem ser respondidas as perguntas existentes no final do roteiro experimental

Referências Bibliográficas:

Aqui você deve usar Livros e artigos para escrever o relatório, indicados no texto e relacionados neste item conforme exemplos abaixo:

no texto: ... segundo Baccan (2005) ou segundo Passos et al. (2005)....
neste item: BACCAN, N.; DE ANDRADE, J. C.; GODINHO, O. E. S.; BARONE, J. S. Química Analítica Quantitativa Elementar. 3ª. Ed. São Paulo: Edgard Blucher, 2001.

2. EXPERIMENTO 2

Título: Destilação fracionada

2.1. INTRODUÇÃO

Mistura é a associação de duas ou mais substâncias diferentes cujas estruturas permanecem inalteradas, isto é, não ocorre reação química entre elas.

Temos dois tipos de misturas:

a) **Mistura homogênea: não é possível distinguir superfícies de separação** entre seus componentes, nem mesmo com os mais aperfeiçoados aparelhos de aumento, tais como ultramicroscópio ou microscópio eletrônico.

b) **Mistura heterogênea: é possível distinguir superfícies de separação** entre seus componentes, em alguns casos a olho nu, em outros com microscópio comum. É muito comum as substâncias aparecem misturadas na Natureza. Freqüentemente, portanto, é necessário separar as substâncias existentes na mistura, até ficarmos com cada substância totalmente isolada das demais (substância pura). Esta separação chama-se desdobramento, fracionamento ou análise imediata da mistura.

Os processos empregados na análise imediata enquadram-se em dois tipos, conforme a mistura seja homogênea ou heterogênea :

Nas misturas heterogêneas usam-se os processos mecânicos, que têm por finalidade separar as diferentes fases, obtendo-se deste modo, misturas homogêneas ou substâncias puras.

Nas misturas homogêneas recorre-se a processos mais enérgicos, empregando-se processos físicos ou de fracionamento, pois a mistura homogênea fraciona-se em duas ou mais substâncias puras, isto é, seus componentes.

ANÁLISE IMEDIATA
Mistura heterogênea (processos mecânicos)
Mistura homogênea (processos físicos)

SEPARAÇÃO DOS COMPONENTES DE MISTURAS HETEROGÊNEAS

Sólido . Sólido:

Catação - Separam-se os componentes sólidos usando a mão ou uma pinça.

Ventilação - Usa-se uma corrente de ar para arrastar os componentes de densidade menor. É o que se faz para separar o café da palha; é também o princípio de funcionamento das máquinas de beneficiamento de arroz e cereais: a corrente de ar arrasta a palha ou a casca, e ficam os grãos.

Levigação - Consiste em lavar a mistura com uma corrente de água, separando assim o sólido menos denso. É o que se faz no garimpo para

separar o ouro da areia. A água arrasta o componente menos denso (a areia), e o ouro, bem mais denso, fica.

Separação magnética (ou imantação) - Usada quando um dos sólidos é atraído por um ímã. Esse processo é usado em larga escala para separar alguns minérios de ferro de suas impurezas e, certos filtros instalados junto às chaminés das indústrias funcionam baseados nesse princípio, retendo as partículas paramagnéticas (suscetíveis de magnetização).

Flotação - Banha-se a mistura em um líquido de densidade intermediária. O componente menos denso flutua e o mais denso se deposita. É o processo utilizado na separação de certos minérios de suas impurezas (ganga). O minério é banhado em óleo, e as partículas recobertas de óleo ficam menos densas que a água. O minério, então, é mergulhado em água (o líquido de densidade intermediária) e flutua. A ganga se deposita.

Peneiração - A utilização de uma peneira permite separar os componentes. É o que faz o pedreiro quando quer obter areia de várias granulações.

Cristalização fracionada - Todos os componentes da mistura são dissolvidos em um líquido que, em seguida, sofre evaporação provocando a cristalização separada de cada componente. A cristalização fracionada é usada, por exemplo, nas salinas para obtenção de sais a partir da água do mar. A evaporação da água permite a cristalização de diferentes sais, sendo que o último a ser obtido é o cloreto de sódio (NaCl), usado na alimentação.

Dissolução fracionada - Trata-se a mistura com um solvente que dissolva apenas um dos componentes. Por filtração, separam-se os demais. Por evaporação, recupera-se o componente dissolvido. Para separar areia e sal, por exemplo, basta lavar a mistura.
O sal se dissolve na água e a nova mistura é filtrada. A areia fica retida e passam a água e o sal dissolvido. Evapora-se a água e recupera-se o sal.

Sólido . Líquido:

Decantação - Consiste em deixar a mistura em repouso por certo tempo, até que as partículas de sólido se depositem. Depois, com cuidado, transfere-se o líquido para outro recipiente. O café à moda síria ou árabe não é coado. É servido depois que o pó se deposita.

Centrifugação - Consiste em acelerar a decantação pelo uso de centrifugadores (denominados centrífugas). Na centrífuga, devido ao movimento de rotação, as partículas de maior densidade, por inércia, são arremessadas para o fundo do tubo.
Para separar as partículas sólidas, ricas em gordura, da fase líquida do leite, as indústrias submetem-no à centrifugação.

Filtração - Consiste em fazer passar a mistura por uma parede ou superfície porosa.
O sólido fica retido. Esse processo tem largo emprego doméstico; é usado para coar café ou coalhada, para coar um suco através do pano, etc. Em laboratório, podemos usar a filtração denominada simples, onde o meio filtrante (denominado papel de filtro) é adaptado a um funil e a filtração ocorre por ação da gravidade ou a filtração a vácuo, onde a filtração é acelerada pelo acoplamento de uma bomba de vácuo, que faz com que a pressão no interior

do recipiente diminua (neste tipo de filtração usa-se um funil especial, denominado funil de Büchner, que permite que se acople a bomba de vácuo).

Líquido . Líquido:

Decantação - Quando se trata de separar líquidos imiscíveis com densidades diferentes, usa-se um funil de separação (denominado funil ou ampola de decantação ou funil de bromo). Coloca-se a mistura nesse funil e espera-se que as duas fases se separem. Abre-se a torneira e deixa-se escoar o líquido mais denso. O outro estará automaticamente separado. Pode-se utilizar esse processo na mistura água e óleo.

Líquido . Gás:

A mistura é heterogênea desde que se observem bolhas de gás disseminadas na fase líquida, a exemplo do que acontece nas bebidas gaseificadas. Para separar um líquido de um gás, basta aquecer a mistura e o gás é eliminado. É por isso que a água fervida não tem gosto agradável - elimina-se o oxigênio nela dissolvido.

Gás . Sólido:

Decantação - A mistura passa através de obstáculos, em forma de zigue-zague, onde as partículas sólidas perdem velocidade e se depositam. Industrialmente, esse processo é feito em equipamento denominado **câmara de poeira** ou **chicana**.

Filtração - A mistura passa através de um filtro, onde o sólido fica retido. Esse processo é muito utilizado nas indústrias, principalmente para evitar o lançamento de partículas sólidas na atmosfera. Atualmente, as indústrias potencialmente poluentes são obrigadas por lei a usar dispositivos filtrantes nas chaminés. Esse método de separação também pode ser utilizado em sua casa, com um equipamento mais simples: o aspirador de pó. As partículas sólidas aspiradas junto com o ar são retidas no filtro.

SEPARAÇÃO DOS COMPONENTES DE MISTURA HOMOGÊNEA

Sólido . Líquido:

Nas misturas homogêneas sólido-líquido (soluções), o componente sólido encontra-se totalmente dissolvido no líquido, o que impede a sua separação por filtração. A maneira mais comum de separar os componentes desse tipo de mistura está relacionada com as diferenças nos seus pontos de ebulição. Isto pode ser feito de duas maneiras:

Evaporação - A mistura é deixada em repouso ou é aquecida até que o líquido (componente mais volátil) sofra evaporação. É o processo empregado nas salinas. O inconveniente neste processo é o não aproveitamento do componente líquido.

Destilação simples - A mistura é aquecida em uma aparelhagem apropriada, de tal maneira que o componente líquido inicialmente evapora e, a seguir, sofre condensação, sendo recolhido em outro frasco.

Líquido . Líquido:

Destilação fracionada - Consiste no aquecimento da mistura de líquidos miscíveis (solução), cujos pontos de ebulição (PE) não sejam muito próximos. Os líquidos são separados na medida em que cada um dos seus pontos de ebulição é atingido.

Inicialmente é separado o líquido com menor PE (o mais volátil). Enquanto este destila, a temperatura se mantém constante. Terminada a destilação do primeiro líquido, a temperatura volta a subir até que se atinja o PE do segundo. Começa aí a destilação deste. Tudo é controlado por termômetro. Na realidade, a temperatura em que começa a ebulição não é a do componente mais volátil, porque, junto com ele, também vaporiza, embora em proporção menor, o menos volátil. Como o produto destilado é mais rico no componente mais volátil, precisaríamos submetê-lo a sucessivas destilações para que ocorressem separações cada vez mais eficientes, obtendo, no final, um produto de alto grau de pureza. Para evitar esse trabalho, adapta-se ao balão de destilação uma **coluna de fracionamento**, ao longo da qual ocorrem, naturalmente, sucessivas vaporizações e condensações. A coluna de fracionamento é preenchida com esferas ou anéis de vidro, que servem de obstáculo à passagem do vapor. Os dois líquidos entram em ebulição e seus vapores, ao encontrar os primeiros obstáculos, condensam-se e aquecem a porção inferior da coluna. A mistura líquida condensada entra novamente em ebulição e vai condensar novamente mais acima, e assim sucessivamente. Como a temperatura diminui gradualmente ao longo da coluna, a fração do componente menos volátil (maior PE) vai ficando cada vez menor. No topo da coluna sai o líquido mais volátil (menor PE), em alto grau de pureza. Esse processo é muito utilizado, principalmente em indústrias petroquímicas, na separação dos diferentes derivados do petróleo.

Gás . Gás:

Liquefação fracionada - A mistura de gases passa por um processo de liquefação e, posteriormente, pela destilação fracionada. Esse processo é usado industrialmente para separar oxigênio e nitrogênio do ar atmosférico. Após a liquefação do ar, a mistura líquida é destilada e o primeiro componente a ser obtido é o N_2, pois apresenta menor PE (-195,8 ºC); posteriormente, obtém-se o O_2, que possui maior PE (-183 ºC)

Adsorção - Consiste na retenção superficial de gases. Algumas substâncias, tais como o carvão ativo, têm a propriedade de reter, na sua superfície, substâncias no estado gasoso. Uma das principais aplicações da adsorção são as máscaras contra gases venenosos.

2.2. OBJETIVOS

- Destilar uma mistura homogênea de água e etanol avaliando suas propriedades.

2.3. ATIVIDADES PRÉ-LABORATÓRIO

Para realizar a prática o aluno deverá ter em mãos uma tabela da densidade de misturas etanol:água em diversas temperaturas, bem como as temperaturas de destilação do etanol e da água puros. Esta tabela pode ser obtida no CRC Handbook of chemistry and physics.

2.4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

1) Prepare 100 mL de uma mistura 1:1 de etanol:água;
2) Monte em sua bancada o aparato para a realização de uma destilação fracionada;

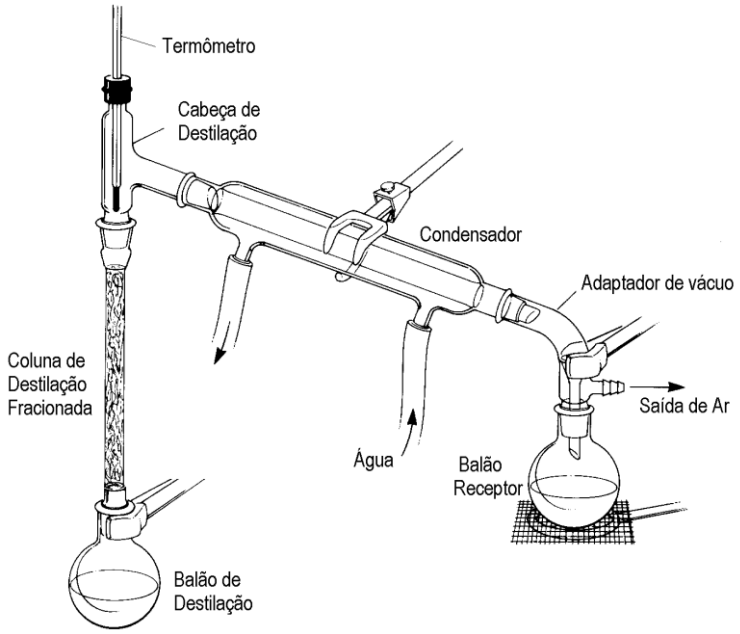


Figura 2.1. Aparelho para uma destilação fracionada.

3) Transfira a mistura preparada para o balão de destilação e inicie o processo;
4) Observe a temperatura de destilação, coletando o destilado até a estabilização da temperatura. Então, substitua o frasco de coleta e continue coletando o destilado na faixa de temperatura que permanece constante. Substitua novamente o frasco caso observe alteração brusca na temperatura de destilação;
5) Determine a densidade das frações obtidas, e determine o % de etanol através da tabela em cada uma das frações.

6) Aplique a Lei de Dalton na fração que apresentou temperatura constante, e determine as pressões parciais de cada líquido no ponto de ebulição.

Lei de Dalton:

$$P_T = P_{A0} + P_{B0}$$

$$P_{A0} = X_A.P_T \qquad P_{B0} = X_B.P_T$$

onde P_t é a pressão total; P_{A0} e P_{B0} são as pressões dos dois líquidos puros à temperatura de ebulição da mistura; X_A e X_B são as frações molares de cada líquido.

$$\frac{P_{A0}}{P_{B0}} = \frac{X_A}{X_B} = \frac{\frac{n_A}{n_A + n_B}}{\frac{n_B}{n_A + n_B}} = \frac{n_A}{n_B}$$

onde n_A e n_B representam o número de mols dos líquidos A e B.

2.5. ATIVIDADES PÓS-LABORATÓRIO

Elaborar o relatório parcial, discutindo a questão da eficiência da destilação fracionada de misturas azeótropicas.

2.6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

VOGEL, Arthur Israel. Vogel's textbook of practical organic chemistry. 5. ed. England: Addison Wesley Longman, 1998. 1.514p. Número de Chamada: 547.1 V879v 5. ed.

BUENO, W. A. e DEGREVE, L. "*Manual De Laboratório De Físico-Química*". McGraw-Hill do Brasil, 1980.

CASTELLAN, Gilbert William. "*Físico-Química*". Rio de Janeiro. Livros Técnicos e Científicos, 73, 2v, 1972.

3. EXPERIMENTO 3

Título: Identificação de elementos e espectro de emissão.

3.1. INTRODUÇÃO

Os átomos de um dado elemento químico após terem sido excitados por uma fonte de energia emitem radiações eletromagnéticas ($E=h\nu$) quando retornam ao estado fundamental. Isto origina um espectro de emissão de linhas, cujas linhas são características desse elemento químico já que a energia desta radiação esta relacionada com as transições eletrônicas no átomo.

As propriedades dos espectros dos elementos químicos fundamentam um conjunto de técnicas que possibilitam a identificação dos elementos químicos constituintes de um dado composto, por meio da análise dos espectros obtidos, designando-se por análise espectral.

O ensaio de chama se baseia na emissão de radiação eletromagnética pelos átomos de um dado elemento químico quando este é excitado por uma chama. A emissão de luz com certa coloração permite identificar visualmente a presença do metal neste composto.

A fonte de aquecimento utilizada neste ensaio é o bico de Bunsen, que também é usado para outros tipos aquecimentos efetuados em laboratório, desde o aquecimento de misturas ou soluções, de alguns graus acima da temperatura ambiente, a até calcinações, feitas em cadinhos, que exigem temperaturas de cerca de 600 ºC. As características da chama são mostradas na Figura 3.1.

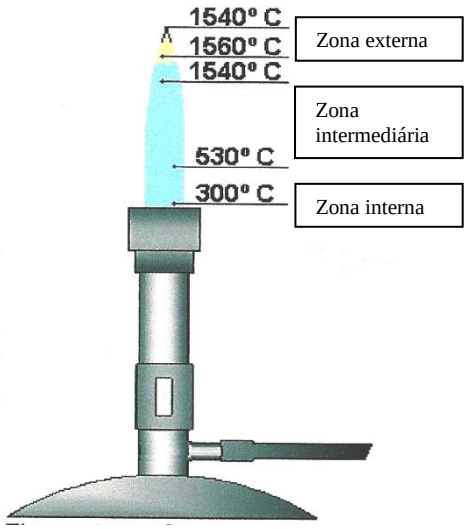


Figura 3.1. Características da chama de um Bico de Bunsen.

a) ***Zona externa:*** Violeta pálida, quase invisível, onde os gases fracamente expostos ao ar sofrem combustão completa, resultando em CO_2 e H_2O. Esta zona é chamada de **zona oxidante** Temperaturas de 1560-1540 ºC).

b) ***Zona intermediaria***: Luminosa, caracterizada por combustão incompleta, por deficiência do suprimento de O_2. O carbono forma CO, o qual se decompõe pelo calor, resultando diminutas partículas de C (carbono) que, incandescentes, dão luminosidade à chama. Esta zona é chamada de **zona redutora** (Temperaturas abaixo de 1540 ºC).

c) .***Zona interna:*** Limitada por uma "casca" azulada contendo os gases que ainda não sofreram combustão – mistura carburente (Temperaturas em torno de 300 ºC). Não se aplica para aquecer béquer, erlenmeyer, balões etc..

3.2. OBEJTIVOS

- Aprender a manipular o bico de bunsen;
- Detectar os elementos formadores de um determinado composto, através do ensaio de coloração de chama.

3.3. ATIVIDADES PRÉ-LABORATÓRIO

Pesquisar em bibliografia específica, o valor para: a constante de Planck e velocidade da luz. Pesquisar a cor emitida pelos seguintes elementos quando em contato com a chama: sódio, potássio, cálcio, bário e estrôncio. Apresentar as faixas de comprimentos de onda das cores do espectro da luz visível.

3.4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Acender o Bico de Bunsen até obter uma chama adequada.

Para acender o bico de Bunsen, proceda da seguinte maneira:

- Feche completamente a entrada de ar no bico;
- Abra lentamente a válvula do gás e aproxime a chama de um fósforo lateralmente, obtendo uma chama grande e luminosa, de cor amarela.
- Abra vagarosamente a entrada de ar de modo que a chama fique completamente azul;
- Caso a chama se apague ou haja combustão no interior do tubo, feche a entrada do gás e reinicie as operações anteriores. O gás combustível é geralmente o GLP (gás liquefeito de petróleo ou gás de cozinha).

1) Umedecer a alça de platina no ácido clorídrico 50% e levar à parte mais quente da chama até evaporar.
2) Umedecer novamente a alça no ácido e tocar na amostra a analisar, de modo a aderir uma parte da amostra. Levar à zona mais quente da chama novamente (zona não luminosa).
3) Observar a cor da chama correlacionando-a com o metal analisado.
4) Anotar os dados em uma tabela.
5) Limpar cuidadosamente a alça e repetir o teste para outra amostra.

3.5. PÓS-LABORATÓRIO

Elaborar o relatório parcial apresentando os resultados e as identificações das amostras, e discutir as energias envolvidas nas transições eletrônicas.

1) Por que os átomos emitem luz quando submetidos a chama?
2) Por que cada amostra emite uma cor diferente na chama?
3) Qual a relação entre essa aula e o espectro eletromagnético?
4) Qual região do espectro foi utilizada nessa aula?

3.6. BIBLIOGRAFIA

BROWN, T.L. *et al*. *Química a ciência central*. Editora Pearson.: São Paulo, 2005.
SKOOG, D. A, *et al*, Fundamentos de Química Analítica, Editora Pioneira Thomson Learning: São Paulo, 2006.

4. EXPERIMENTO 4

Título: Entalpia de Neutralização.

4.1. INTRODUÇÃO

As soluções diluídas de ácidos e bases fortes podem ser consideradas tendo os seus solutos completamente dissociados em seus íons, ocorrendo o mesmo para os sais de ácidos fortes com bases fracas.

Resumidamente, a neutralização em que se envolvem dois reagentes como os citados acima, é descrita na equação (01):

$$H_3O^+_{(aq)} + OH^-_{(aq)} \rightarrow 2H_2O_{(liq)} \qquad \text{equação (01)}$$

Ficando claro que o efeito térmico não depende do cátion e do ânion do ácido.

Quando o ácido ou a base não estão completamente dissociados ou ionizados, conforme o caso, a afirmação anterior não é verdadeira. Veja-se o caso do ácido acético que está parcialmente ionizado em solução, sua neutralização pode ser equacionada como segue:

$$CH_3COOH_{(aq)} + OH^-_{(aq)} \rightarrow CH_3COO^-_{(aq)} + H_2O$$

a qual, considerada em dois estágios, é:

$$CH_3COOH_{(aq)} \rightarrow CH_3COO^-_{(aq)} + H_3O^+$$

$$H_3O^+ + OH^- \rightarrow 2H_2O$$

O calor desenvolvido, neste caso, de neutralização, é devido à combinação dos íons hidroxônio e hidroxila, menos aquele consumido para ionizar as moléculas do ácido.

Como se vê, as entalpias desenvolvidas durante a neutralização podem ser determinadas pela simples técnica de calorimetria.

4.2. OBJETIVOS

- Determinar o calor envolvido na reação de neutralização ácido-base através de calorimetria.

4.3. ATIVIDADES PRÉ-LABORATÓRIO

Encontre a entalpia de formação da $H_20_{(l)}$ e do $NaCl_{(s)}$. Também encontre a entalpia de solubilização do NaCl.

4.4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Materiais e Reagentes

Vaso de Dewar, termômetro digital, termostato, ácido clorídrico 1 $mol.L^{-1}$, ácido acético 1 $mol.L^{-1}$, ácido nítrico 1 $mol.L^{-1}$ e hidróxido de sódio 1 $mol.L^{-1}$.

Procedimento

Determinação do equivalente em água do aparelho: transferir volumétricamente 50 mL de água destilada para o Vaso de Dewar, tampar e anotar a temperatura (T_1); transferir mais 50 mL de água para um béquer e levar o mesmo ao aquecimento à aproximadamente 40 ºC (T_2). Juntar rapidamente a porção de água do béquer ao vaso, tampar, agitar e ler a temperatura da água (T_3) contida no Vaso após o equilíbrio térmico.

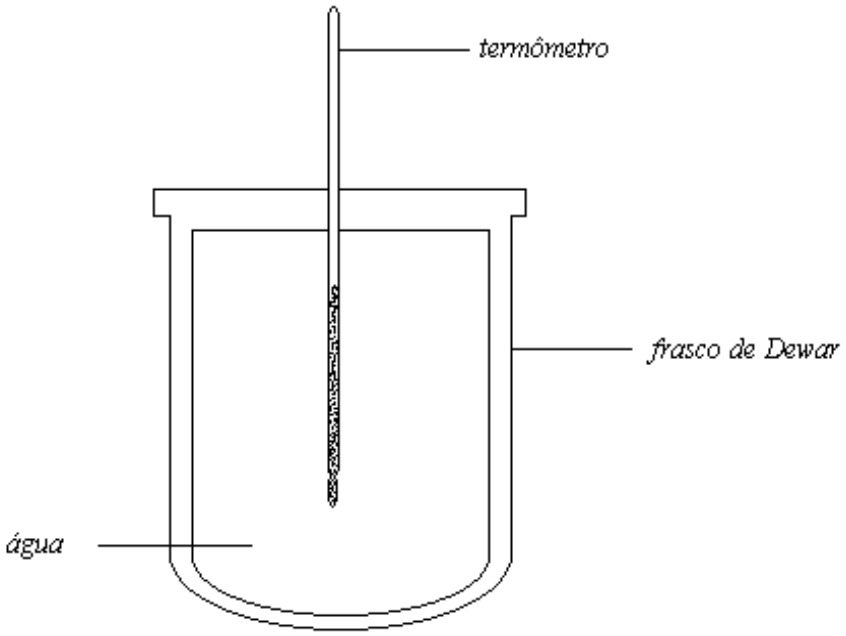


Figura 4.1. Vaso de Dewar.

Fazer um balanço térmico do sistema, aplicando a conhecida expressão:

$$Q = m.C_p.\Delta T$$

onde:
Q é o calor envolvido no processo, m é a massa envolvida, ΔT é a variação de temperatura e C_p é o calor específico à pressão constante.

Chamando-se por: T_1 = temperatura inicial da água no vaso, T_2 = temperatura da água aquecida, T_3 = temperatura de equilíbrio no vaso, m_1 e m_2 = massa de água considerada (isto porque poderá ser admitida densidade 1 $g.cm^{-3}$) pode-se estabelecer uma equação que permita determinar o equivalente em água.

No caso, o calor específico da água será considerado igual à unidade, bem como o do aparelho, já que se trata do "equivalente em água".

$$Q = m.c.\Delta T \quad = \quad E.c.\ \Delta T + m.c.\ \Delta T$$

Usando as seguintes unidades:

Massa = g (gramas)

Calor específico = $\frac{cal}{grau.g}$ (Com grau em K ou ^oC)

Portanto:

$$50.1.(T_2 - T_3) = E(T_3 - T_1) + 50.1.(T_3 - T_1)$$

Onde E é o equivalente procurado.

Em seguida, desmonta-se o aparelho, desprezando-se a água e fazendo com que o mesmo volte a temperatura T_1. Agora o aparelho é novamente montado, colocando-se 50 mL de hidróxido de sódio 1 mol.L^{-1}, livre de carbonato, no Vaso de Dewar e 50 mL de ácido clorídrico 1 mol.L^{-1} em um béquer. As duas soluções serão agitadas até que tenham a mesma temperatura, denominada aqui por T_4. Quando isto acontecer, despeje o conteúdo do béquer no frasco de Dewar. Agitar manualmente o frasco de Dewar e anotar a nova temperatura de equilíbrio T_5. Considerando a massa total da solução como 200 g e o calor específico unitário, o que dentro de nossa aproximação é válido, então o calor desenvolvido será igual a:

$$100.1.(T_5 - T_4) + E(T_5 - T_4) = Q$$

Calcular o calor envolvido na neutralização de 1 L de base 1 mol L^{-1} em calorias por equivalente-grama.

Repetir esta experiência com outros ácidos. Deve-se destacar que no presente estudo os calores desenvolvidos são praticamente iguais às entalpias respectivas.

Nos casos comuns pode-se usar, com boa aproximação, um tubo com a parte inferior aberta, onde se coloca um pedaço de papel, mesmo de caderno, parafinado de ambos os lados, ou ainda, uma rolha de borracha.

Para ácidos e bases completamente dissociados, isto é, em soluções aquosas diluídas, a entalpia de neutralização pode ser expressa pela seguinte fórmula empírica:

$$\Delta H = -14{,}70 + 0{,}05\ T \quad (kcal.mol^{-1})$$

onde T é a temperatura (º C).

4.5. ATIVIDADES PÓS-LABORATÓRIO

Elaborar o relatório parcial, avaliando os resultados entre os ácidos avaliados, e correlacionando o resultado para a reação do HCl com NaOH, através da Lei de Hess, com os valores solicitados no item 15.2.

4.6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

RANGEL, Renato N. "*Práticas De Físico-Química*". Vol. 1. Edgard Blücher: São Paulo, 1988.

WILSON, J. M. e outros. "*Experiments In Physical Chemistry*". Pergamon Press, 1962.

GUGGENHEIM, E. A. "*Physicalchemical Calculations*". North Holland Publishing Co. Amsterdam, 1964.

MOORE, W. J. "*Físico-Química*". Ed. Edgard Blücher, 1979.

HONGEN, O. A., e outros. "*Chemical Process Principles*". Part 1. 2nd edition. Wiley Internacional Edition, 1962.

FROMHERZ. "*Physical-Chemical Calculations In Science And Industry*". Butterworths, London, 1964.

5. EXPERIMENTO 5

Título: Determinação da Tensão superficial pelo método da gota.

5.1. INTRODUÇÃO

As moléculas da superfície de um líquido estão sujeitas a fortes forças de atração das moléculas interiores. A resultante dessas forças, cuja direção é a mesma de plano tangente à superfície (em qualquer ponto desta) atua de maneira a que a superfície líquida seja a menor possível. A grandeza desta força, atuando perpendicularmente (por unidade de comprimento) ao plano na superfície é dita tensão superficial (γ).

A superfície ou interface onde a tensão existe está situada entre o líquido e seu vapor saturado no ar, normalmente à pressão atmosférica. A tensão pode também existir entre dois líquidos imiscíveis, sendo então chamada de tensão interfacial.

As dimensões da tensão superficial são por unidade de comprimento, no sistema SI = N m^{-1}.

Um dos métodos utilizados para medir tensão superficial é o método do peso da gota. Este método, assim como todos aqueles que envolvem separação de duas superfícies, depende da suposição de que a circunferência multiplicada pela tensão superficial é a força que mantém juntas as duas partes de uma coluna líquida. A gota se desprende quando a força da gravidade multiplicada pela massa da gota for maior que a força da tensão superficial versus a circunferência (Figura 5.1).

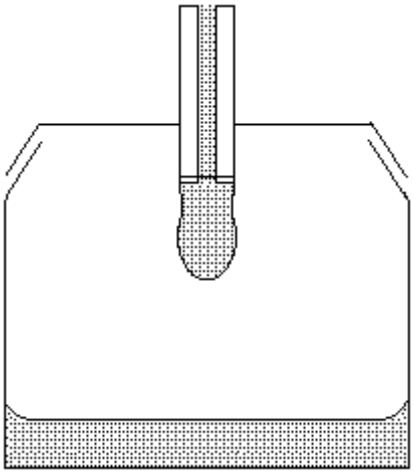


Figura 5.1. Método do peso da gota.

A tensão superficial é calculada pela equação:

$$2\pi r\gamma = mi.g \qquad \text{(5.1. Lei de Tale)}$$

Onde:

mi = massa de uma gota ideal
r = raio do tubo (externo se o líquido molhar o tubo)
g = aceleração da gravidade

Na prática, o peso da gota obtido, é sempre menor que o peso da gota ideal. A razão disto torna-se evidente quando o processo de formação da gota é observado de mais perto. A Figura 5.2. ilustra o que realmente acontece.

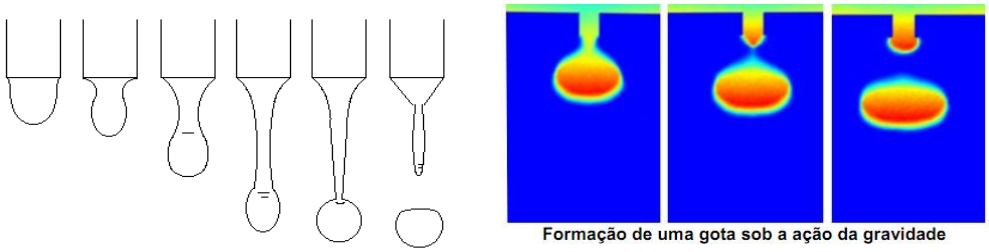


Figura 5.2. Processo de formação de uma gota.

Observa-se que somente a porção mais externa da gota é que alcança a posição de instabilidade e cai. Perto de 40% do líquido que forma a gota permanece ligado ao tubo.

Para corrigir o erro causado pelo peso da gota, introduz-se na equação:

$$\gamma = \frac{m \times g}{2 \times \pi \times r} \qquad 5.2$$

um fator de correção f. Assim:

$$\gamma = \frac{m \times g}{2 \times \pi \times r \times f} \qquad 11.3$$

O fator de correção f é uma função do raio do tubo e do volume da gota. Estes valores são tabelados abaixo:

Tabela 5.1. Fator de correção para o método do peso da gota.

$r/V^{1/3}$	f	$r/V^{1/3}$	f	$r/V^{1/3}$	f[a]
0.00	(1.0000)	0.75	0.6032	1.225	0.656
0.30	0.7256	0.80	0.6000	1.25	0.652
0.35	0.7011	0.85	0.5992	1.30	0.640
0.40	0.6828	0.90	0.5998	1.35	0.623
0.45	0.6669	0.95	0.6034	1.40	0.603
0.50	0.6515	1.00	0.6098	1.45	0.583
0.55	0.6362	1.05	0.6179	1.50	0.567
0.60	0.6250	1.10	0.6280	1.55	0.551
0.65	0.6171	1.15	0.6807	1.60	0.535
0.70	0.6093	1.20	0.6535		

(a) Os valores desta coluna são menos exatos que os das outras.

5.2. OBJETIVOS

- Determinar a tensão superficial da água pelo método do peso da gota;
- Determinar a tensão superficial e a concentração micelar crítica (CMC) de uma solução de detergente;
- Avaliar o efeito da adição de um tensoativo sobre a tensão superficial da água.

5.3. ATIVIDADES PRÉ-LABORATÓRIO

Pesquisar o valor tabelado para a tensão superficial da água a 0, 10, 20, 30 e 40 ^{o}C e fazer um gráfico da Tensão superficial x Temperatura; pesquisar a densidade da água entre 20 – 30 ^{o}C (escala unitária). Estes dados podem ser obtidos no CRC Handbook of chemistry and physics.

5.4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Determinação do Diâmetro do Tubo de Vidro.

O diâmetro do tubo pode ser medido utilizando-se um paquímetro ou a partir da massa de uma gota de um líquido padrão, cujo valor da tensão superficial seja conhecido. A massa de uma gota de água pura a 20 ºC, para tubos de diferentes diâmetros, acham-se tabelados no quadro abaixo. Para temperaturas superiores ou inferiores a 20 ºC, mas não muito diferentes, pode-se usar a seguinte relação para calcular a massa da gota da água a 20 ºC.

$$\text{massa da gota a 20 ºC} = \text{massa da gota na t ºC} \times \frac{\gamma\ \text{20 ºC}}{\gamma\ \text{t ºC}}$$

onde γ e a tensão superficial da água nas respectivas temperaturas.

Tabela 5.2. Massa de uma gota de água que se desprende de tubos de diferentes diâmetros.

massa da gota (g)	raio do tubo (cm)	massa da gota (g)	raio do tubo (cm)
0.033450	0.09946	0.90467	0.31891
0.042347	0.13062	0.091620	0.32692
0.046901	0.14769	0.096392	0.34188
0.054678	0.17750	0.096918	0.34385
0.059700	0.19666	0.09868	0.35022
0.068026	0.23052	0.10623	0.37961
0.069869	0.23790	0.10966	0.39262
0.072682	0.23135	0.11161	0.39968
0.007753	0.26802	0.11957	0.42765
0.079680	0.27605	0.12522	0.44755
0.084270	0.29423	0.12575	0.44980
0.084880	0.29694	0.14142	0.50087

Medidas para obtenção da Tensão Superficial.

Materiais e Reagentes

1 bureta, 3 erlenmeyers com tampa, para cada solução a ser medida, água destilada, tensoativo.

Procedimento

Coloque o líquido na bureta e regule a torneira de tal forma a obter uma vazão aproximada de 1 gota por minuto. Recolha umas 10 gotas do líquido problema no frasco (já pesado anteriormente com a tampa). Determine o peso e o volume (a partir da densidade) de uma gota. Calcule $r/V^{1/3}$ e obter f a partir das Tabelas 5.1 e 5.2 (utilize o método gráfico para as interpolações, se necessário).

Calcule γ através da equação (5.3) e repita o experimento utilizando uma solução de tensoativo. Compare a tensão superficial desta solução com a da água pura, medida anteriormente. O resultado está de acordo com o esperado sabendo que o composto utilizado funciona como um tensoativo ?

Observações

Na determinação d γ de líquidos voláteis, é necessário que as gotas sejam recolhidas em recipientes fechados. Além disso, a primeira gota deverá ser “tombada” durante aproximadamente 5 minutos para que o recipiente fique saturado nos vapores do líquido em questão.

Neste caso, também é necessário fazer duas medidas. Uma com aproximadamente 15 gotas e outra com 5 gotas.
A diferença de peso entre as duas medidas dará o peso de uma gota livre do peso do vapor.

peso 15 gotas - peso 5 gotas = peso 10 gotas sem vapor

VARIAÇÃO DA TENSÃO SUPERFICIAL COM A CONCENTRAÇÃO
EM SOLUÇÕES DE N-BUTANOL EM ÁGUA

DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO MICELAR CRÍTICA DE UM DETERGENTE

Prepare soluções aquosas de diferentes concentrações do detergente e faça diversas medidas de γ versus concentração de detergente, obtenha a concentração micelar crítica, CMC.

5.5. ATIVIDADES PÓS-LABORATÓRIO

Elaborar o relatório parcial apresentando e discutindo os resultados obtidos.

5.6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADAMSON, Arthur W., Physical Chemistry of Surfaces. - 6th. ed. - New York : John Wiley & Sons, 1997.
DANIELS, Farrington et alli. Experimental physical chemistry. - 7. ed. - New York :McGraw-Hill, 1970.
SHAW, Duncan James. Introdução a química dos colóides e de superfícies. São Paulo : Edgard Blucher : EDUSP, 1975.

6. EXPERIMENTO 6

Título: Calibração de instrumentação analítica para medição de volume, massa e temperatura.

6.1. INTRODUÇÃO

A metrologia é uma das funções básicas necessárias a todo Sistema de Garantia da Qualidade. Efetivar a qualidade depende fundamentalmente da quantificação das características do produto e do processo. Esta quantificação é conseguida através de:

· definição das unidades padronizadas, conhecidas por unidade de medida, que permitem a conversão de abstrações como comprimento e massa em grandezas quantificáveis como metro, quilograma, etc;

· instrumentos que são calibrados em termos destas unidades de medidas padronizadas;

· uso destes instrumentos para quantificar ou medir as "dimensões" do produto ou processo de análise.

A este item, inclui-se o OPERADOR, que é, talvez, o mais importante. É ele a parte inteligente na apreciação das medidas. De sua habilidade depende, em grande parte, a precisão conseguida. É necessário ao operador:

- conhecer o instrumento;
- adaptar-se as circunstâncias;
- escolher o método mais aconselhável para interpretar os resultados.

Ex: Condições observadas em um Laboratório de Metrologia.

- Temperatura 20±1°C;
- Grau Higrométrico controlado (55%) Obs: o cloreto de cálcio industrial retira cerca de 15% da umidade;
- Ausência de vibrações e oscilações;
- Espaço suficiente;
- Boa iluminação;
- Limpeza etc.

6.1.1.Tipos de medidas e medições

A partir da noção de que fundamentalmente medir é comparar, tem-se que uma medida pode ser obtida por dois métodos distintos:

6.1.1.1. Medição por comparação DIRETA

Compara-se o objeto da medida com uma escala conveniente, obtendo-se um resultado em valor absoluto e unidade coerente. Por exemplo: medição da distância entre dois traços utilizando-se uma régua graduada.

6.1.1.2. Medição por comparação INDIRETA

Compara-se o objeto da medida com um padrão de mesma natureza ou propriedade, inferindo sobre as características medidas/verificadas. Por exemplo, medições/controle de peças com calibradores passa-não-passa; utilização de relógios comparadores.

Na prática, normalmente, simplifica-se os termos acima definidos. Assim, encontramos usualmente "medida direta" e "medição por comparação" ou "medição indireta".

6.1.2. Critérios de escolha

A passagem de medição direta para indireta pode, em geral, ser associada a dois fatos:

- Tempo necessário para executar a medição;

- Necessidade de resolução ou precisão incompatíveis com a dimensão a ser medida (com instrumentos de medição direta), por exemplo: 50 mm com 0,1 (µm) de precisão.

6.1.3. Exatidão e precisão

A exatidão é proporcional a diferença entre um valor observado e o valor de referência.

Normalmente, o valor observado é a média de diversos valores individuais.

A precisão é proporcional a diferença entre si dos valores observados para obter-se uma medida. Assim, quanto maior a concordância entre os valores individuais de um conjunto de medidas maior é a precisão.

6.1.4. Rastreabilidade

Propriedade do resultado de uma medição ou do valor de um padrão estar relacionado a referências estabelecidas, geralmente a padrões nacionais

ou internacionais, através de uma cadeia contínua de comparações, todas tendo incertezas estabelecidas. Observações:

1) O conceito é geralmente expresso pelo adjetivo rastreável;

2) Uma cadeia contínua de comparações é denominada de cadeia de rastreabilidade.

6.1.5. Calibração/Aferição/Verificação

Conjunto de operações que estabelece, sob condições especificadas, a relação entre os valores indicados por um instrumento de medição ou sistema de medição ou valores representados por uma medida materializada ou um material de referência, e os valores correspondentes das grandezas estabelecidos por padrões.

Observações:

1) O resultado de uma calibração permite tanto o estabelecimento dos valores do mensurando para as indicações como a determinação das correções a serem aplicadas.

2) Uma calibração pode, também, determinar outras propriedades metrológicas como o efeito das grandezas de influência.

3) O resultado de uma calibração pode ser registrado em um documento, algumas vezes denominado certificado de calibração ou relatório de calibração.

Sistemas lineares são extremamente úteis na representação de dados experimentais e as curvas de calibração são os mais conhecidos. Nestes casos, os desvios da linearidade são geralmente atribuídos a efeitos químicos e físicos que não foram preliminarmente levados em conta e que tornam-se agentes complicadores na análise matemática dos dados. As técnicas numéricas utilizadas para avaliar o comportamento de sistemas lineares e estabelecer a faixa linear são :

- Parâmetro de uma calibração linear;
- Equação de reta: $y = a\,x + b$;

- Uso da regressão linear;
- Coeficiente linear (b), Coeficiente angular (m), r^2;

- Tratamentos estatísticos;
- Média, Desvio Padrão, erro relativo (%), erro absoluto;

6.2. OBEJTIVOS

- Manipulação correta de instrumentos de medição;
- Metrologia;
- Procedimentos de Calibração;
- Tratamento estatístico de dados;
- Curvas de Calibração e geometria analítica;
- Rastreabilidade;
- NBR ISO/IEC 17025.

6.3. ATIVIDADES PRÉ-LABORATÓRIO

Pesquisar a densidade da água entre 20 – 30 ^{o}C (escala unitária). Estes dados podem ser obtidos no CRC Handbook of Chemistry and Physics.

6.4. PROCEDIMENTO

6.4.1. Verificação do volume de uma pipeta (método gravimétrico).

Pegue uma pipeta volumétrica de 5 mL, previamente limpa e seca, ambientalize-a com H_2O destilada.

Em uma balança coloque um béquer com capacidade para 100 mL e anote o seu peso (não zere ou tare a balança).

Faça uma pipetagem usando H_2O destilada e transfira para o béquer ainda na balança. Tome cuidado para que todo o material seja transferido e que nada caia fora do béquer e anote a massa indicada pela balança.

Repita este procedimento mais 9 vezes acrescentando a H_2O pipetada sempre sobre a massa anterior medida, sendo que ao fim deve-se ter 10 medidas de massa e um volume de 50 mL dentro do béquer.

6.4.2. Calibração da indicação de temperatura de um termômetro (método comparativo).

Utilize um termômetro calibrado com certificação RBC como referência.

Coloque em um béquer H_2O e gelo até atingir a temperatura de 5 ºC. Coloque o termômetro de referência e o termômetro a ser calibrado dentro do béquer.

Anote a temperatura indicada por ambos os termômetros. Com o auxílio de um bico de bunsen aqueça gradualmente o béquer fazendo anotações da temperatura de 5 em 5 ºC, até atingir 40 ºC .

6.4.3. Verificação do volume de uma bureta (método gravimétrico).

Ligue a balança com pelo menos 30 minutos de antecedência para a mesma atingir o equilíbrio.

Coloque sobre o prato da balança um béquer com capacidade para 50 mL. Com o auxílio de um suporte universal e de garras apropriadas, monte

sobre o béquer que encontra-se no prato da balança um sistema com uma bureta com capacidade de 25 mL.

Retire a bureta do suporte, ambientalize e preencha a bureta com H_2O destilada até a marca do zero da bureta.

Retorne a bureta ao suporte.

Anote a massa do béquer vazio(não zere ou tare a balança). Libere então 2,5 mL de H_2O da bureta recebendo no béquer sobre a balança. Anote a massa obtida. Libere mais 2,5 mL recebendo no mesmo béquer e anote a massa obtida. Repita este procedimento até atingir a capacidade total da bureta.

6.5. PÓS-LABORATÓRIO

No item 6.4.1 deve ser calculado a média das leituras, o desvio padrão, o erro relativo e o erro absoluto.

No item 6.4.2 deve ser construído um gráfico entre a Temperatura do termômetro referência versus o termômetro a ser verificado. Encontre o valor do coeficiente linear, coeficiente angular, r^2 e demonstre a equação da reta. Calcule o erro absoluto e relativo para cada ponto registrado.

No item 6.4.3 construa um gráfico do volume real versus o volume obtido Encontre o valor do coeficiente linear, coeficiente angular, r^2 e demonstre a equação da reta. Calcule o erro absoluto e relativo para cada ponto registrado.

6.5.1. Questionário

1. Escreva uma equação de reta genérica.
2. O que é Coeficiente Angular e Linear?
3. Quais as principais variáveis na verificação volumétrica pelo método gravimétrico?
4. Qual a diferença entre Calibração e Verificação?
5. O que é erro aleatório e sistemático?

6.6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

"Procedimentos Operacionais da REBLAS", Gerência Geral de Laboratórios de Saúde Pública. – 2. ed. Brasília: ANVISA 2002.

http://www.chemkeys.com/bra/ag/tda_8/tda_8.htm acessada em 01/08/2006.

INMETRO. "*Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de metrologia"*. 3. ed. Rio de Janeiro, 2003. 75p.

Ellison, S.L.R.; Rosslein, M.; Williams, A. "*EURACHEM/CITAC Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement"*, Second Edition.

Barros Neto, B.; Pimentel, M.F.; Araújo, M.C.U.; "*Química Nova",* Vol. 25, No. 5, 856-865, 2002.

Rocha Filho, R.C. ; Silva, R.R.. "*Cálculos Básicos da Química*". 1ª ed. São Carlos - SP: EdUFSCar - Editora da Universidade Federal de São Carlos, 2006. v. 1. 277 p.

7. EXPERIMENTO 7

Título: Preparo e padronização de soluções e misturas de soluções

7.1. INTRODUÇÃO

7.1.1. Preparo de soluções

O preparo de soluções tem fundamental importância devido ao fato de que grande parte das reações ocorre em solução aquosa.

Define-se como solução uma mistura homogênea composta de uma ou mais substâncias, sendo que aquela em maior proporção denomina-se solvente e a em menor quantidade soluto.

É importante ter conhecimento da maneira correta de expressar a concentração das soluções, ou seja, a relação existente entre a quantidade de soluto e a de solvente numa solução. As formas de expressar a concentração são bastante variadas. Observe alguns exemplos:

- Concentração comum (C)

É a relação entre a massa de soluto (em grama) e o volume da solução (em litro)

$$C = \frac{m}{V}$$

- Molaridade ou concentração Molar (M)

É a razão entre o nº de mols de soluto o volume da solução em (litro).

$$M = \frac{n}{V}$$

7.1.2. Diluição de soluções

Diluir uma solução significa diminuir a sua concentração. O procedimento mais simples, geralmente aplicado é a adição de solvente à solução, onde o número de mols do soluto, inicial e final, é o mesmo, somente

o volume é maior, logo, a concentração da solução será menor. Como o n do soluto permanece inalterado durante a diluição, pode-se escrever:

$$M_1V_1 = M_2V_2$$

onde: M_1=concentração da solução inicial
V_1=volume de solução inicial
M_2= concentração da solução diluída
V_2= volume da solução diluída

7.1.3. Padronização de soluções

O processo de padronização possibilita verificar o quanto a concentração da solução preparada aproxima-se do valor real. Para a correção da concentração utiliza-se como referência, substâncias que possuem características bem definidas: PADRÕES PRIMÁRIOS. O procedimento para a padronização consiste na titulação da solução de concentração a ser determinada, com uma quantidade definida de um padrão primário adequado.

Características básicas de um padrão primário

- A substância deve ser de fácil obtenção, purificação, conservação e secagem
- Deve possuir uma massa molar elevada, para que os erros relativos cometidos nas pesagens não sejam significativos.
- As impurezas devem ser facilmente identificáveis com ensaios qualitativos de sensibilidade conhecida.
- Deve ser estável ao ar sob condições ordinárias, se não por longos períodos, pelo menos durante a pesagem.
- Não deve ser higroscópico, eflorescente, nem conter água de hidratação
- Deve apresentar alta solubilidade
- As reações que participa devem ser rápidas e praticamente completas
- Não deve formar produto secundário e ser fotossensível.

7.1.4. Titulação ácido-base

Titulação é uma técnica de análise empregada para determinar a concentração de soluções. Basicamente, faz-se reagir uma solução de concentração conhecida (titulante) adicionada, cuidadosamente e gradualmente, a uma solução de concentração desconhecida (titulado), na presença de uma substância que indica o término da reação (indicador). Observe o esquema (Figura 7.1):

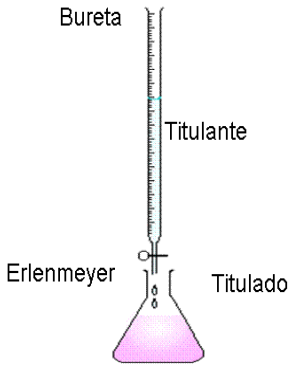


Figura 7.1. Representação do processo de titulação

A solução de concentração conhecida é preparada pela dissolução de um padrão primário. A partir dos volumes das soluções e do conhecimento da estequiometria da reação química é possível determinar a concentração da solução desconhecida.

É bastante comum o emprego das titulações quantitativas de neutralização, ou seja, aquelas em há reação entre um ácido e uma base, na qual se tem como produto sal e água. O caráter químico da reação pode ser:

Neutro: reação entre um ácido forte e base forte, pH=7
Ácido: reação entre ácido forte e base fraca, pH< 7
Básico: reação entre ácido fraco e base forte, pH > 7

Durante a titulação, adiciona-se a solução titulante ao titulado, até que se atinja o ponto de equivalência (ponto final teórico), ou seja, o momento em que essas duas soluções reagirem totalmente. Em uma reação ácido-base o ponto de equivalência é evidenciado quando as quantidades de ácido e de base se encontram nas proporções estequiométricas da reação:

$$n_{ácido} = n_{base} \qquad (7.1)$$

onde n = número de mols;

Levando-se em consideração que a molaridade é:

$$M = \frac{n}{v} \qquad (7.2)$$

onde: M = molaridade; n = número de mols; v = volume (L);

Isolando número de mols da equação temos :

$$n = Mv \quad (7.3)$$

Substituindo (7.3) em (7.1) temos:

$$M_{ácido}\, V_{ácido} = M_{base}\, V_{base}$$

Na prática, é difícil determinar exatamente o ponto de equivalência, sendo detectado, então, o ponto final da titulação. Para identificá-lo é necessário fazemos uso de INDICADORES, isto é, compostos orgânicos que se comportam como ácido ou base fracos e que adquirem coloração diferentes em determinadas faixas de pH. É importante ressaltar que a escolha do indicador irá depender da reação ácido-base que se deseja realizar, ou seja, da faixa de pH da mesma.

7.1.5. Mistura de soluções.

Mistura de soluções de mesmo soluto

$$C3 = \frac{C1xV1 + C2xV2}{V3}$$

Onde:
C3 = concentração final; V3 = volume final;
C1= concentração do ácido1; V1 = volume do ácido1;
C2= concentração do ácido2; V2 = volume do ácido2.

Mistura de soluções diferentes de solutos que reagem entre si

$$C3 = \frac{C1xV1 - C2xV2}{V3}$$

Onde:
C3 = concentração final; V3 = volume final;
C1= concentração da base; V1 = volume da base;
C2= concentração do ácido; V2 = volume do ácido.

7.2. OBJETIVO

- Preparar e padronizar soluções ácidas e básicas.
- Entender o processo de vários tipos de misturas.
- Determinar quantitativamente o produto resultante de uma delas.

7.3. ATIVIDADES PRÉ-LABORATÓRIO

Pesquise porque devemos utilizar preferencialmente água fervida para o preparo de solução de hidróxido de sódio. Qual a faixa de viragem do indicador usado nesta prática? Indique outro indicador caso estivéssemos titulando uma base fraca com um ácido forte.

7.4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

7.4.1. Preparo de soluções

Materiais e reagentes

-Béquer de 100 mL
-Bastão de vidro
-2 balões volumétricos 100 mL
-2 balões volumétricos de 250mL
-NaOH sólido
-HCl concentrado
-Pipeta volumétrica 10 mL
-Pipeta graduada de 10 mL
-vidro de relógio

Preparo da solução de NaOH 1 mol L^{-1}

Calcular a massa de NaOH necessária para preparar 100 mL de uma solução de concentração 1 mol L^{-1}. Pesar a quantidade calculada de NaOH, em balança analítica, utilizando um vidro de relógio. A pesagem deve ser efetuada o mais rápido possível, pois as pastilhas de NaOH hidratam-se muito rapidamente. Transferir as pastilhas de NaOH, para um béquer de 100 mL, com o auxílio de um bastão de vidro. Lavar o vidro de relógio, cuidadosamente, com auxílio de uma pisseta contendo água destilada, transferindo toda a água de lavagem para o béquer.

ATENÇÃO: CUIDADO PARA ESTA SOLUÇÃO NÃO ATINGIR NOS OLHOS. USE ÓCULOS DE SEGURANÇA SEMPRE!

Dissolver cuidadosamente o sólido com o bastão de vidro até que ocorra a dissolução completa das pastilhas do NaOH. Evitar qualquer tipo de perda de material durante as etapas de dissolução e transferência da solução.

Transferir, quantitativamente, a solução do béquer para um balão volumétrico de 100 mL.

Tampar o balão e agitar com cuidado para que a solução fique homogênea. Transferir a solução para um frasco de polietileno (plástico).

Preparo da solução de NaOH 0,1 mol L^{-1}

- Calcular o volume de NaOH 1 mol L^{-1}, necessário para preparar 250 mL de uma solução de NaOH 0,1 mol L^{-1} .

- A partir do volume calculado, preparar a solução de NaOH 0,1 mol L^{-1} .

Guardar em frasco de polietileno, pois será utilizada na sequência.

Preparo da solução de HCl 1 mol L^{-1}

- Calcular o volume necessário de ácido clorídrico concentrado, para preparar 100 mL de uma solução de HCl 1 mol L^{-1}.

- Na capela, transferir o volume de HCl concentrado diretamente para um balão de 100 mL contendo um pouco de água destilada. Avolumar o balão com água destilada, agitando-o a fim de homogeneizar a solução. Armazenar a mesma em um frasco de vidro.

Preparo da solução de HCl 0,1 mol L^{-1}

- Calcular o volume de HCl 1 mol L^{-1}, necessário para preparar 250 mL de uma solução de HCl 0,1 mol L^{-1} .
- A partir do volume calculado preparar a solução de HCl 0,1 mol L^{-1}, utilizando um balão volumétrico de 250 mL. Guardar, pois será utilizada na próxima aula.

APÓS PREPARAR A SOLUÇÃO, IDENTIFIQUE CADA UMA DELAS COM ETIQUETA CONTENTO NOME DO GRUPO, DATA, NOME E CONCENTRAÇÃO DO REAGENTE.

7.4.2. Padronização de soluções

Materiais e reagentes

- 1 bureta de 50 mL;
- 6 erlenmeyer de 125 mL;
- Biftalato de potássio sólido;
- Solução de NaOH 0,1 mol L^{-1};
- Solução de HCl 0,1 molL^{-1};
- Solução alcoólica de fenolftaleína 1%.

Padronização do NaOH 0,1 mol L^{-1}

1. Secar biftalato de potássio ($KHC_8H_4O_4$) em estufa a 110 ^oC por 2 h. Resfriar em dessecador.
2. Calcular a massa de biftalato de potássio necessária para reagir com aproximadamente 25 mL da solução de NaOH 0,1 mol L^{-1} preparada na aula anterior.
3. Pesar, em balança analítica, o biftalato de potássio ($KHC_8H_4O_4$) em um béquer pequeno e em seguida transferir quantitativamente para um erlenmeyer, utilizando cerca de 25 mL de água. Adicionar 2 gotas de fenolftaleína.
4. Adicionar em uma bureta de 50 mL a solução de NaOH 0,1 molL^{-1} e titular com a solução de biftalato de potássio contida no erlenmeyer.
5. Repetir por três vez (triplicata).
6. Calcular a concentração real da base.
7. Calcular o erro relativo.

Padronização do HCl 0,1 mol L^{-1}

1. Adicionar em um erlenmeyer 25 mL de HCl 0,1 mol L^{-1}, preparada na aula anterior.
2. Adicionar 2 gotas de fenolftaleína e titular com NaOH 0,1 mol L^{-1} padronizada.
3. Repetir por três vez (triplicata).
4. Calcular a concentração da base.
5. Calcular o erro relativo.

7.4.3. Misturas de soluções:

Bureta de 50 mL, erlenmeyer de 250 mL, proveta de 50 mL, béquer de 250 mL, bastão de vidro e funil.

Reagentes:

Solução de ácido clorídrico 0,1 mol L^{-1} e 0,05 mol L^{-1}, solução de hidróxido de sódio 0,1 mol L^{-1} - NaOH.

Indicador: Fenolftaleína.

Mistura de soluções de mesmo soluto

Preparo da solução de HCl ± 0,08 mol L^{-1}

(a) Calcular os volumes das soluções 0,1 mol L^{-1} e 0,05 mol L^{-1} de HCl que deverão ser misturados para preparar 100mL de solução 0,08 mol L^{-1}.
(b) Medir os volumes calculados utilizando provetas.
(c) Transferir para um béquer os volumes calculados.

Padronização da solução de HCl ± 0,08 mol L^{-1}

(a) Pipetar 25 mL da solução obtida no item anterior e transferir para um erlenmeyer.
(b) Adicionar 2 a 3 gotas do indicador fenolftaleína.
(c) Titular com solução de NaOH 0,1 mol L^{-1} até viragem do indicador de incolor para rosa.
(d) Determinar a concentração da solução.

Mistura de soluções diferentes de solutos que reagem entre si
Preparo da solução de NaOH ± 0,03 mol L^{-1}

(a) Calcular os volumes das soluções de NaOH 0,1 mol L^{-1} e HCl 0,05 mol L^{-1} que devem ser misturadas para se obter 90 mL de uma solução básica na qual a concentração de NaOH seja 0,03 mol L^{-1}.
(b) Medir os volumes calculados utilizando proveta.
(c) Transferir para um béquer os volumes calculados.

Padronização da solução de NaOH ± 0,03 mol L^{-1}

(a) Pipetar 25 mL da solução obtida no item anterior e transferir para um erlenmeyer e adicionar 2 a 3 gotas do indicador fenolftaleína.
(b) Titular com solução de HCl 0,05 mol L^{-1} até viragem do indicador de rosa para incolor.
(c) Determinar a concentração da solução.

7.5. PÓS - LABORATÓRIO

1) Porque devemos utilizar a capela para manipular ácidos concentrados?
2) Porque a solução de hidróxido de sódio deve ser armazenada em frasco de polietileno?
3) A concentração das soluções preparadas nesta prática é confiável?
4) Quais as reações envolvidas nesta prática?
5) Porque deve-se utilizar no máximo 3 gotas de fenolftaleína? Como se explica a presença de duas cores num mesmo indicador?
6) Descreva o procedimento se na padronização do HCl fosse empregando carbonato de sódio. Qual o indicador que poderia ser utilizado? Por que o HCl durante a prática pode ser padronizado com a solução de NaOH ?
7) Quais são as fontes de erros na padronização de soluções?

7.6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CHRISTIAN, G. D. **Analitycal Chemistry**, 4ª ediçao, New York, John Wiley e Sons, 1986.
OHWEILER, O. A. **Química Analítica Quantitativa**, 3ª edição, Rio de Janeiro, Livros técnicos e científicos, 1978, vols. 1 e 2.
BACCAN, J.C., BARONE, J.S., GODINHO, O. E. S. de Andrade, **Analítica Quantitativa Elementar**. 3ª Ed. São Paulo: Edgard Blucher.

8. EXPERIMENTO 8

Título: Constante de solubilidade e efeito do íon comum

8.1. INTRODUÇÃO

Sais que tem baixa solubilidade em água são chamados de sais pouco solúveis. Uma solução saturada de um sal pouco solúvel é um equilíbrio dinâmico entre o sal sólido e a baixa concentração de seus íons em solução. Calcário aparenta ser insolúvel em seu ambiente natural; embora com o tempo ele se dissolva lentamente devido sua baixa solubilidade. O principal componente do calcário é o carbonato de cálcio, $CaCO_3$. Seu equilíbrio com Ca^{2+} e CO_3^{2-}favorece a formação do sólido $CaCO_3$ ou, o equilíbrio da equação é deslocado para esquerda.

$$CaCO_{3(s)} \rightleftharpoons Ca^{2+}_{(aq)} + CO_3^{2-}{}_{(aq)}$$

A quantidade do sal no sistema no equilíbrio é uma constante, chamada de constante de solubilidade, Kps. E a expressão é igual a:

$$Kps = [Ca^{2+}]\,[CO_3^{2-}]$$

Essa equação que é um produto da concentração molar do íon Ca^{2+} e do íon CO_3^{2-}em solução aquosa é uma constante de equilíbrio. Se uma solução tem alta concentração de íon Ca^{2+}, então a concentração de CO_3^{2-} deve ser necessariamente baixa.

De acordo com a CRC's *Handbook of Chemistry and Physics*, o Kps de $CaCO_3$ é 4,95 x 10^{-9} a 25 °C.

Em solução saturada, aonde a $[Ca^{2+}] = [CO_3^{2-}]$, a concentração molar de cada íon é:

$$K_{ps} = [Ca^{2+}]\,[CO_3^{2-}] = 4{,}95 \times 10^{-9}$$

$$[Ca^{2+}] = [CO_3^{2-}] = (4{,}95 \times 10^{-9})^{1/2} = 7{,}04 \times 10^{-5}\ molL^{-1}$$

A solubilidade molar de $CaCO_3$ é também 7,04 x 10^{-5} mol L^{-1}, porque cada mol de $CaCO_3$ fornece 1 mol de Ca^{2+} e 1 mol de CO_3^{2-} em solução.

Lembrete: Solubilidade é diferente da constante do produto de solubilidade. Solubilidade= concentração do sal que foi dissolvido. A expressão da constante é o produto das concentrações dos íons em solução obedecendo os índices estequiométricos. Ex: $Ag_2CrO_4 = 2Ag^+ + CrO_4^{2-}$ $Kps= [Ag^+]^2[CrO_4^{2-}]$

EFEITO DO ÍON COMUM

O que acontece a solubilidade de um sal pouco solúvel quando um íon que é comum ao sal é adicionado à solução saturada?

De acordo com o principio de Lê Chatelier, seu equilíbrio muda para compensar o íon adicionado para favorecer a formação de mais sal sólido, reduzindo a solubilidade molar do sal.

Nessa prática você poderá determinar a constante de solubilidade, Kps, de $Ca(OH)_2$, e a solubilidade molar de $Ca(OH)_2$ na solução saturada e na solução saturada com Ca^{2+} adicionado.

O íon hidroxila, OH^-, da solução saturada de $Ca(OH)_2$ é titulada com solução padronizada de ácido clorídrico ao ponto de equivalência, usando o indicador fenolftaleína.

De acordo com a equação:

$$Ca(OH)_{2\,(s)} \rightleftharpoons Ca^{2+}_{(aq)} + 2\,OH^-_{(aq)}$$

Para cada mol de $Ca(OH)_2$ que dissolve, 1 mol Ca^{2+} e 2 mol 2 OH^- estão presentes na solução. Desse modo, para determinar a $[OH^-]$, $[Ca^{2+}]$, a solubilidade molar de $Ca(OH)_2$, e a Kps para $Ca(OH)_2$ pode ser calculado:

$$[Ca^{2+}] = ½ [OH^-]$$
$$\text{Solubilidade molar de } Ca(OH)_2 = [Ca^{2+}] = ½ [OH^-]$$
$$Ks = [Ca^{2+}][OH^-]^2 = (½ [OH^-])[OH^-]^2$$

Igualmente, o procedimento semelhante é usado para determinar a solubilidade molar de $Ca(OH)_2$ com o íon comum Ca^{2+} adicionado para a solução saturada de $Ca(OH)_2$.

8.2. OBJETIVOS

- Determinar a solubilidade molar e a constante de solubilidade de $Ca(OH)_2$.
- Determinar a solubilidade molar de $Ca(OH)_2$ na presença de Ca^{2+}.

8.3. ATIVIDADES PRÉ-LABORATÓRIO

Apresente a constante de solubilidade tabelada para o $Ca(OH)_2$ a 25 ºC. Esta pode ser encontrada em livros de Química Analítica, e será usada para comparação com o valor obtido experimentalmente nesta prática.

8.4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Determinar a solubilidade molar e a constante de solubilidade de $Ca(OH)_2$.

1- pipetar 25mL da solução saturada de $Ca(OH)_2$ e transferir para um erlenmeyer e adicionar 2 gotas do indicador fenolftaleína. Medir a temperatura da solução.
2- Titular a solução saturada de $Ca(OH)_2$ com solução padrão de HCl 0,05209 mol L^{-1}.

Determinar a solubilidade molar de $Ca(OH)_2$ na presença de Ca^{2+}.

Repetir o procedimento 1 e 2 com solução de $Ca(OH)_2$ e $CaCl_2$.

8.5. ATIVIDADES PÓS-LABORATÓRIO

Preparar o relatório parcial apresentando uma discussão entre o valor tabelado e o encontrado nesta prática.

8.6. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

BERAN, J. A. Chemistry in the laboratory – a study of chemical and phisical changes. 2° ed. New York, Chichester, Brisbane, Toronto, Singapore: Jonh Wiley & Sons, 1996.

9. EXPERIMENTO 9

Título: Preparo e verificação das propriedades de uma solução Tampão.

9.1. INTRODUÇÃO

Qualquer solução que contenha um ácido fraco e uma base fraca tem a capacidade de absorver pequenas quantidades de um ácido forte ou de uma base forte com uma variação muito pequena no pH. Quando pequenas quantidades se um ácido forte é adicionado, elas são neutralizadas pela base fraca, enquanto que pequenas quantidades de uma base forte são neutralizadas pelo ácido fraco. Tais soluções são chamadas **soluções tampões**, pois elas resistem a variações significativas no pH.

Uma solução tampão cujo pH seja menor do que 7 pode ser preparada misturando-se um ácido fraco com um sal derivado do ácido fraco, por exemplo, ácido acético e acetato de sódio.

Num sistema tamponado **HA / A^-,** quando H^+ ou OH^- são adicionados ao tampão, ocorrem as seguintes reações de neutralização:

$$H^+_{(aq)} + A^-_{(aq)} \rightarrow HA \quad \text{(absorção de } H^+\text{)}$$

$$OH^-_{(aq)} + HA_{(aq)} \rightarrow H_2O + A^-_{(aq)} \quad \text{(absorção de } OH^-\text{)}$$

O efeito do tampão é máximo quando **[HA] = [A]**

9.2. OBJETIVO

- Preparar solução tampão a partir de uma solução de ácido acético e acetato de sódio.
- Verificar as propriedades de uma solução tampão

9.3. ATIVIDADES PRÉ-LABORATÓRIO

Pesquise o valor da constante de ionização do ácido acético, ácido fluorídrico e ácido nitroso. Determine o pka e faça uma correlação entre as espécies e os valores encontrados. Comparem os dados anteriores com os encontrados para o ácido clorídrico.

9.4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

1) Preparação de uma solução tampão

a) A partir de ácido acético concentrado (98,8% p/p, 1,05 g cm^{-3}, 60,05 g mol^{-1}), cuja concentração molar é 17,45 mol L^{-1}, prepare 50 mL de solução de ácido ácetico 0,5 mol L^{-1} (≅ 1,43 mL);

b) A partir de acetato de sódio (82,05 g mol^{-1}) prepare 50 mL de solução de acetato de sódio 0,5 mol L^{-1}. (≅ 2,05 g);

c) Misture as duas soluções em erlenmeyer e agite-o;

d) Verifique o pH da solução tampão preparada com o auxílio do papel indicador de pH. Anote esse valor.

2) Verificação das propriedades de uma solução Tampão

a) Meça 10 mL da solução tampão e adicione 1 mL de HCl 0,1 mol L^{-1}. Agite o sistema e verifique o pH.
b) Meça 10 mL da solução tampão e adicione 1 mL de NaOH 0,1 mol L^{-1}. Agite o sistema e verifique o pH;
c) Verifique o pH da água destilada e anote;
d) Meça 10 mL de água destilada e adicione 1 mL de HCl 0,1 mol L^{-1}. Agite e verifique o pH;
e) Meça 10 mL de água destilada e adicione 1 mL de NaOH 0,1 mol L^{-1}. Agite e verifique o pH;.
f) Arrume o material utilizado e organize a bancada.

9.5. PÓS-LABORATÓRIO

Elaboração do relatório parcial.
I. A solução preparada é realmente uma solução tampão? Por quê?
II. Quais são os componentes da solução tampão preparada?
III. Que conclusões você pode tirar sobre as propriedades de uma solução tampão a partir dos dados obtidos? Justifique mostrando as equações.

9.6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

HARRIS, D. C. **Química Analítica Quantitativa**. Rio de Janeiro: LCT, 2002.
BROWN, LEMAY E BURSTEN. **Química ciência central**. 7ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 1997.
VOGEL, A. **Análise Inorgânica Quantitativa**, 4ª edição, Rio de Janeiro, Editora Guanabara, 1981.

10. EXPERIMENTO 10

Título: Determinação Gravimétrica

10.1. INTRODUÇÃO

PRECIPITAÇÃO

A precipitação é um dos processos de separação de fases, onde o elemento a ser dosado é separado da solução através da formação de um precipitado convenientemente escolhido em cada caso. Devem-se levar em conta vários fatores para a escolha do reagente precipitante, tais como a solubilidade, as características físicas e a pureza do precipitado.

Quanto à técnica de precipitação utilizada em laboratório, de modo geral ela é processada em béquer com adição lenta do reagente (por meio de uma pipeta) e sob agitação, ou a partir de uma solução homogênea.

FILTRAÇÃO

A filtração é o processo de separação do precipitado do meio em que se processou a sua formação. A maneira como é feita a filtração dependerá do tratamento a que o precipitado será submetido na fase seguinte (secagem ou calcinação).

Se o precipitado deve ser seco a 100º - 120º C, em estufa, é necessário que a filtração seja feita em funil de *Gooch* de vidro ou porcelana. Esses cadinhos filtrantes possuem como fundo uma camada porosa. Nesse caso a filtração é executada com o auxílio de sucção, para forçar a passagem do líquido pelo filtro, usando um frasco de sucção, geralmente um kitassato e um aspirador, que pode ser uma trompa d'água ou uma bomba de vácuo (Fig. 10.1).

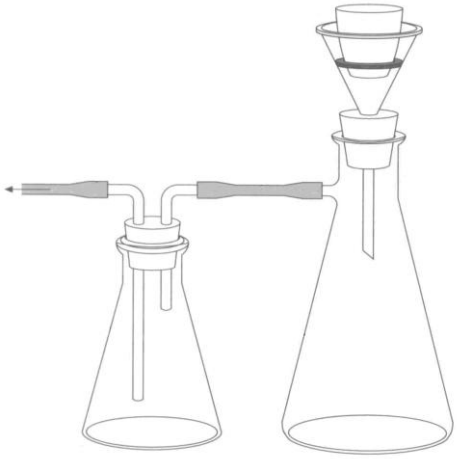


Figura 10.1. Filtração por sucção.

Quando o precipitado deve ser calcinado em temperaturas elevadas, procede-se a filtração através de papel filtro. O papel de filtro utilizado em análise quantitativa apresenta um resíduo de cinzas constante após a calcinação, sendo que uma folha circular utilizada numa filtração, após sua calcinação, apresenta um resíduo de cinzas de peso desprezível.

A filtração com auxílio do papel-filtro é feita por gravidade, sem sucção. Você sabia que até para dobrar o papel-filtro existe uma técnica? Para aumentar a velocidade de vazão do líquido a ser filtrado, o papel-filtro circular deve ser dobrado e inserido num funil de vidro, como está ilustrado na Fig 10.2, tomando-se o cuidado de umedecê-lo após sua inserção no funil, de modo a se obter uma boa aderência. O diâmetro do papel-filtro utilizado deve ser tal que sua parte superior deve estar de 1 a 2 cm abaixo da borda do funil de vidro.

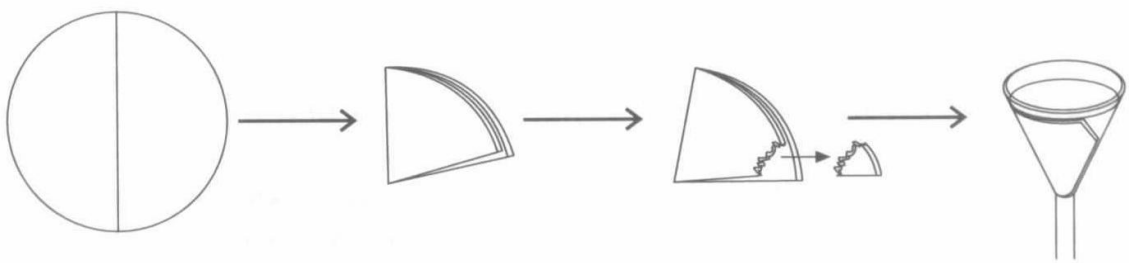


Figura 10.2. Preparo de papel-filtro.

Faz-se a filtração por decantação transferindo-se primeiro o líquido sobrenadante e em seguida o precipitado. A transferência é feita com o auxílio de um bastão de vidro, recolhendo-se o filtrado em um béquer. A extremidade inferior da haste do funil deve ser encostada na parede interna do béquer usado no recolhimento do filtrado, como visto na Fig. 10.3.

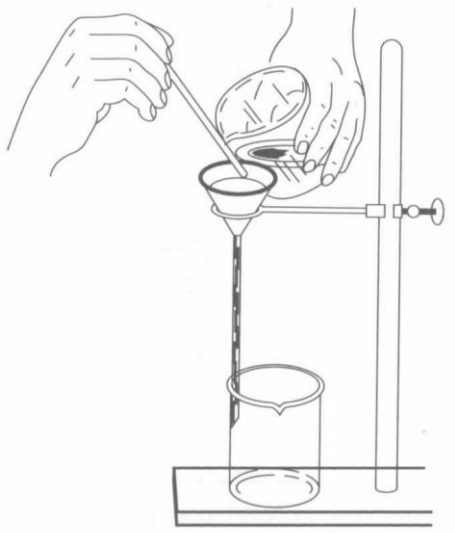


Figura 10.3. Filtração por ação da gravidade.

Não se deve deixar o precipitado secar no filtro durante a filtração, pois se isto acontecer formar-se-ão canaletas na massa de precipitado, o que posteriormente, provocará uma lavagem deficiente do mesmo. Deve-se manter durante toda a filtração o nível de solução a ¾ da altura do papel-filtro no funil.

LAVAGEM

Após a filtração o precipitado deve ser submetido a um processo de lavagem, através do qual se remove parte da água-mãe que ficou nele retida e eliminam-se as impurezas solúveis e não voláteis na temperatura de secagem ou calcinação a que o precipitado será submetido. Mas, atenção: o líquido de lavagem deve ser usado em pequenas porções, pois assim obteremos uma eficiência maior do que aquela que seria obtida se utilizássemos um pequeno

número de grandes porções de líquido (considerando-se o mesmo volume total de líquido de lavagem).

O líquido de lavagem, de modo geral, deverá conter um eletrólito para evitar a peptização* *[*peptização é a transformação da fase gel (sólido disperso em líquido) para a fase sol (líquido disperso em sólido], que ocorre pela adição de dispersante.)* do precipitado. Este eletrólito deve ser volátil na temperatura de secagem ou calcinação a que será submetido posteriormente o precipitado, de modo a não deixar resíduo. Para reduzir a solubilidade do precipitado, deve-se ter como eletrólito um íon comum e, se possível, o líquido de lavagem deve ser usado a quente.

Para uma lavagem mais eficiente recomenda-se que, de início, somente a água-mãe seja transferida para o funil de filtração. O precipitado (ainda retido no frasco de precipitação) é então lavado, sob agitação, com uma porção da solução de lavagem, decantado e o líquido sobrenadante transferido para o funil. Repete-se este procedimento algumas vezes e, por fim, transfere-se a totalidade do precipitado para o funil e continua-se a lavagem diretamente no filtro. A seqüência de operações utilizadas na transferência de um precipitado é ilustrada esquematicamente na Figura 10.4.

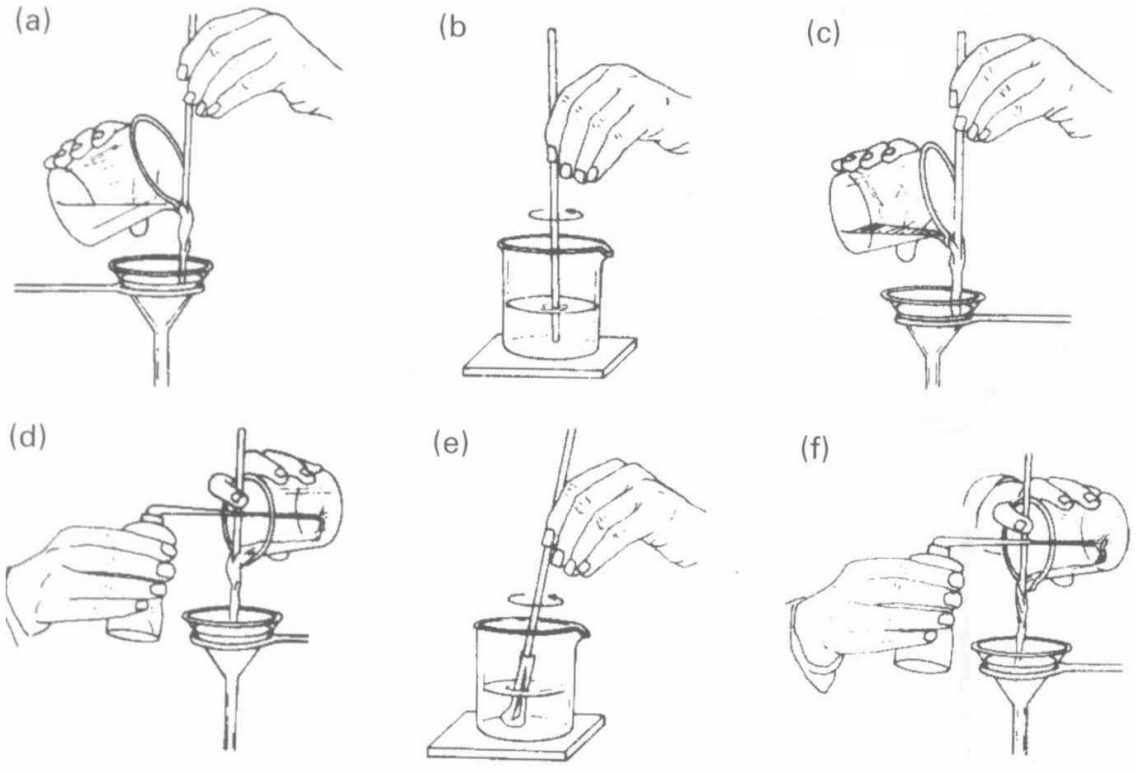


Figura 10.4. Seqüência de operações utilizadas na transferência de um precipitado.

PRECIPITAÇÃO E TRATAMENTO DE ÁGUA

A precipitação é um processo de grande importância no tratamento de águas de abastecimento. As dimensões das impurezas nas águas como íons, moléculas e partículas em suspensão podem variar de 10^{-10} m a 10^{-4} m. Para eliminar ou diminuir a concentração das partículas em suspensão é necessário aplicar os conceitos envolvidos na eficácia das reações de precipitação.

Partículas sólidas com pequenas dimensões (menores que 1000 Å) podem ter íons fixados a sua superfície sendo que a repulsão entre as cargas impede a coagulação ou precipitação da dispersão coloidal. Entretanto este frágil equilíbrio pode ser destruído por mudanças das variáveis que o mantém, como: concentração de íons (força iônica), temperatura, pH. Nas águas naturais ocorre muitas vezes a formação de suspensões coloidais contendo silicatos que em determinado pH encontra-se negativamente carregado e ao redor desta superfície organizam-se camadas de íons positivos e negativos.

As partículas sólidas que formam as dispersões coloidais podem ser separadas da solução por precipitação melhorando assim, aspectos químicos e físicos da água. A velocidade com que este processo ocorre e a eficácia do mesmo são aspectos relevantes no tratamento de água. Muitas vezes, o termo floculação é usado para designar a formação de flocos; agregados de partículas coloidais de fácil separação. Como vários fatores influenciam na eficácia do processo de floculação, geralmente são realizados ensaios em “Jar test”.

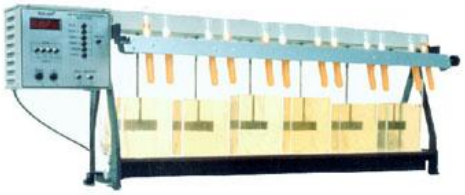


Figura 10.5. Jar test usado em ensaios químicos

um aparelho que contem vários béqueres com agitador e onde as amostras de água são submetidas a diferentes condições de floculação como, por exemplo, a adição de diferentes concentrações do agente floculante, desta forma pode saber qual a quantidade ideal do agente floculante que deve ser adicionada a água que ser purificar.

10.2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

a) Medir 150 mL de água turva (suja) em um béquer de 250 mL
b) Agitar vigorosamente por um minuto (usando *um agitador magnético ou pode-se transferir a amostra para uma garrafa PET previamente limpa e agitar manualmente*)
c) Repetir este procedimento por 10 vezes, observe o que ocorre.

d) Verifique se esta solução está ácida ou básica, mergulhando uma fita de papel tornassol vermelho. Anotar a cor da fita de papel (*ou pode ser usado um pHmetro*)
e) Se a fita continuar vermelha, adicione gotas de solução de hidróxido de sódio (NaOH) até que a fita se torne azul (*~10 gotas*) ou se a fita de papel indicador universal indica pH igual a 12.
f) Com uma pipeta graduada acrescente 50 mL de solução de sulfato de alumínio ($Al_2(SO_4)_3$) a 1% (*agite a solução antes de pipetar*). Agite a solução constantemente por 10 minutos, observe o tempo de formação dos flocos e anote.
g) Deixar em repouso por 20 minutos. Enquanto aguarda, proceda a montagem do sistema de filtração.
h) Filtre a solução
i) Anote seus resultados na tabela abaixo:

	pH	turbidez	cor	cheiro
Antes do tratamento				
Após o tratamento				

10.3. ATIVIDADE

A. Quais os processos de separação de misturas foram utilizados na realização deste experimento?
B. Na etapa de floculação nos adicionamos hidróxido de sódio para tornar o meio básico antes da adição do agente floculante (sulfato de alumínio). Escreva a reação balanceada que ocorreu entre o sulfato de alumínio e o hidróxido de sódio.
C. Você saberia explicar porque o pH diminui após a floculação?
D. Que outras substâncias poderiam ser utilizadas como agentes floculantes?

10.4. CONCLUSÃO

De um modo geral, a análise gravimétrica baseia-se na medida da massa de um ou mais constituintes de uma amostra a partir da separação dos constituintes causada pela precipitação. A análise gravimétrica em linhas gerais segue a ordem: precipitação, filtração, lavagem, aquecimento e pesagem. Nesta aula vimos passo a passo como proceder na montagem e utilização de um sistema para precipitação e filtração com o intuito de separarmos alguns dos constituintes de água de rio, melhorando a sua qualidade. O uso de agentes floculantes e de agentes modificadores de pH foram enfatizados como etapas importantes no tratamento primário da água.

10.5. REFERÊNCIAS

1. RICHTER, C. A. **Tratamento de água**, São Paulo: Ed. Edgar Blucher, 1995.
2. BAIRD, C., **Química ambiental**, cap 8 e 9., 2 ed., Porto Alegre: Ed. Bookman, 2002.
3. HARRIS, D., **Análise química quantitativa**. 5 ed., Rio de Janeiro: Editora LTC, 2001.
4. SILVA, R. R.; BOCCHI, N.; ROCHA-FILHO, R. C., **Introdução à química experimental**, 1 ed., São Paulo: Mcgraw-Hill, 1990.
5. MALM, L. E. **Manual de laboratório para química - uma ciência experimental**, 4 ed., Lisboa: Ed. Fundação Calouste Gulbenkian, 2000.
6. SKOOG, A. S. et al. **Fundamentos de química analítica**, 1ª ed., São Paulo: Ed. Thomson Learning, 2005.

11. EXPERIMENTO 11

Título: Reações químicas

11.1 INTRODUÇÃO

O termo reação química, refere-se ao reagrupamento dos átomos entre as substâncias de um dado sistema. Ela é representada esquematicamente por uma equação química, que dá informações quantitativas e qualitativas.

A equação escrita deve fornecer a descrição da reação que ocorre, quando os reagentes são misturados. Para escrever uma reação química, é necessário conhecer a fórmula dos reagentes (substâncias que estão à esquerda) e dos produtos (substâncias que estão à direita). Para se chegar a tal Informação é preciso observar o curso da reação tentando a identificação dos produtos através de observação e/ou análise química.

Em primeiro lugar deve-se deduzir se houve uma reação química ao colocar em contato duas ou mais substâncias. Obtêm-se evidência de reação química no laboratório quando aparecem diferenças perceptíveis e significativas entre o estado inicial e o estado final, estados estes que correspondem respectivamente aos reagentes antes de serem colocados em contato e o que resulta após. É possível utilizar critérios quantitativos e qualitativos para detectar esta mudança. Critérios qualitativos são baseados em observações macroscópicas utilizando os órgãos dos sentidos (exceto pelo paladar).

1-Formação de produtos gasosos– os produtos gasosos são identificados por um borbulhamento em solução.

2- Formação de precipitado– um produto sólido insolúvel que se forme quando a quantidade de um dos produtos formados durante a reação excede sua solubilidade no solvente. Um sal é considerado solúvel se sua solubilidade é maior que 1 g/100 mL e insolúvel quando a solubilidade é menor que 0,1 g/100 mL. Casos intermediários são considerados pouco solúveis.

3- Mudança de cor- aquelas não resultantes de diluição ou simples combinação de cores, mas sim da formação de uma nova substância.

4– Mudança de odor- devido a formação de um produto ou consumo de um reagente que tenha odor característico.

5–Transferência de energia- muitas reações químicas vêm acompanhadas de mudança de temperatura. Se a temperatura da mistura de uma reação aumenta, calor está sendo liberado e a reação é dita exotérmica. Se a temperatura decresce durante e reação, calor está sendo absorvido e a reação é endotérmica.

Entre os efeitos que indicam claramente a ocorrência de uma reação química, um dos mais marcantes é o da formação de um precipitado. Reação de precipitação é um tipo comum de experimento envolvendo íons que reagem para formar sólidos pouco solúveis. Muitas substâncias químicas, tipo sais, podem ser facilmente dissolvidos em água. Uma vez dissolvido, o sal está completamente ionizado.

Exemplo: $NaCl_{(s)} \rightarrow Na^{+}_{(aq)} + Cl^{-}_{(aq)}$

Em uma mesma solução, quando dois ou mais estão dissolvidos, seus íons positivos e negativos estão livres para interagir. A interação eletrostaticamente mais favorável prevalece. Desta nova associação poderá surgir um precipitado.

Exemplo:

$$AgNO_{3(s)} + KCl_{(s)} \rightarrow Ag^{+}_{(aq)} + NO_3^{-}{}_{(aq)} + K^{+}_{(aq)} + Cl^{-}_{(aq)} \rightarrow AgCl_{(s)}\downarrow + K^{+}_{(aq)} + N0_3^{-}{}_{(aq)}$$

A formação do precipitado de AgCl indicado pela seta implica, portanto, na retirada de íons Ag^{+} e Cl^{-} da solução.

Os tipos de precipitado variam de acordo com o tamanho e forma das partículas produzidas. Existem os seguintes tipos de precipitados:

a) Cristalino - o precipitado é reconhecido pela presença de muitas partículas pequenas de formato regular tendo superfície lisa. Os cristais de um precipitado cristalino assemelham-se aos cristais do sal de cozinha ou açúcar. É o mais desejável dos precipitados, uma vez que se sedimenta rapidamente e é fácil de filtrar, porém, de modo geral, sua obtenção depende das condições ideais.

b) Granular - consiste em pequenos e discretos grãos que se sedimentam com facilidade. Um precipitado granular parece com café moído (não em pó). As pequenas partículas de forma irregular podem ser facilmente distinguidas ainda que não tenham a forma regular do precipitado cristalino.

c) Finamente Dividido - formado por partículas extremamente pequenas. As partículas individuais são invisíveis a olho nu. A aparência de farinha de trigo é descritiva deste exemplo. Este precipitado é difícil de trabalhar pois, devido ao tamanho das partículas, estas levam um tempo muito longo para sedimentar.

d) Coloidal tipo Gelatinoso - é aquele que forma uma massa compacta com aspecto de gelatina. É difícil de trabalhar, pois na manipulação enclausura impurezas de forma a tornar a sua lavagem impossível.

e) Coloidal Finalmente dividido - é o exemplo extremo de precipitado finamente dividido. As Partículas são tão pequenas que dificilmente sedimentam e atravessam até os poros de um filtro.

A constatação visual de um precipitado deve levar em conta os aspectos descritos acima. Há, portanto, precipitados que tornam a solução opaca sem que haja necessariamente depósito de sólido no fundo do recipiente.

A falta de transparência de uma solução tem duas origens principais: presença de partículas sólidas em suspensão que Impedem a passagem da luz ou elevada concentração de substâncias de cor escura, o que resulta na completa absorção da luz.

Outro item a ser descrito com cuidado é aquele referente a mudança de cor. Se a nova cor observada é resultado de uma combinação das cores dos reagentes, não podemos afirmar que houve uma reação química. O resultado aqui não é conclusivo. O teste só é conclusivo (na ausência de outros indícios, como formação de precipitado ou mudança de temperatura) quando a nova cor observada é inesperada, isto é, não pode resultar da combinação das cores dos reagentes.

Uma vez estabelecido que houve reação química, podemos partir para uma classificação baseada em características no seu transcurso:

a) Reação de combinação - é aquela que tem como produto uma substância mais complexa formada pela união de duas ou mais .substâncias (simples ou composta). É também denominada de reação de síntese ou de adição quando pelo menos uma das substâncias reagentes é composta:

$C_{(s)} + O_{2(g)} \rightarrow CO_{2(g)}$ Adição

$CaO_{(s)} + CO_{2(g)} \rightarrow CaCO_{3(s)}$ Combinação

b) Reação de Decomposição – nessa um reagente dá origem a duas ou mais substâncias distintas, e pode ser chamada de reação de análise.

$Ca(OH)_{2(s)} \rightarrow CaO_{(s)} + H_2O_{(l)}$

Algumas reações de análise recebem nomes específicos como:

Pirólise - decomposição através do calor

$CaCO_{3(s)} \rightarrow CaO_{(s)} + CO_{2(g)}$

Eletrólise - decomposição pela passagem de corrente elétrica.

$2\,Al_20_{3(l)} \rightarrow 4Al_{(s)} + 3O_{2(g)}$

c) Reação de deslocamento - aqui ocorre uma substituição de átomo(s) entre as substâncias, é também chamada de reação de substituição ou troca.

1 – Simples Troca - quando um elemento constituinte de um composto é constituído por outro elemento.

$Pb_{(s)} + CuSO_{4(aq)} \rightarrow PbSO_{4(aq)} + Cu_{(s)}$

2 – Dupla Troca - quando duas substâncias permutam entre si dois elementos:

$CaCl_{2(aq)} + H_2C_2O_{4(aq)} – CaC_2O_{4(s)} + 2HCl_{(aq)}$

d) Reação de Precipitação - é aquela em que, mesmo realizado em presença de reagente líquido ou em solução, ocorre a formação de um material sólido insolúvel no meio.

$Pb(NO_3)_{2(aq)} + Na_2CrO_{4(aq)} – PbCrO_{4(s)} + 2NaNO_{3(aq)}$

e) Reação de neutralização - é aquela que ocorre entre um ácido e uma base, formando sal e água e é também uma reação de dupla troca.

$Ca(OH)_{2(s)} + 2HCl_{(aq)} \rightarrow CaCl_{2(aq)} + 2H_2O_{(l)}$

f) Reação de óxido - redução - quando ocorre uma variação no estado de oxidação de alguns elementos que compõem os reagentes e produtos.

$2NaCl_{(s)} + 2H_2O_{(l)} \rightarrow 2NaOH_{(aq)} + H_{2(g)} + Cl_{2(g)}$

g) Reação de polimerização - consiste na transformação de uma dada substância (monômero) numa outra de massa molar múltipla da primeira (polímero). Um polímero contém cadeias monoméricas de várias centenas de unidades moleculares.

$2NO_{2(g)} \rightarrow N_2O_{4(g)}$

11.2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

ATENÇÃO: USE SOMENTE 1 mL DE CADA REAGENTE E ANOTE SEUS RESULTADOS.

11.2.1 Mudança de cor

a – misture em um tubo de ensaio, solução 0,2 mol L^{-1} de $CuS0_4$ e 0,3 mol L^{-1} de $Fe_2(SO_4)_3$. Observe bem os reagentes antes de serem colocados em contato e o que resulta após. Conserve uma anotação de todas as suas observações.
b - Em outro tubo de ensaio, realize o mesmo teste agora com os reagentes $H_2Cr_2O_7$ 0,02 mol L^{-1} e $K_4(Fe(CN)_6$ O,1 mol L^{-1}
c - Em um terceiro tubo de ensaio, repita o procedimento com $CuSO_4$ 0,2 mol L^{-1} e NH_4OH 3 mol L^{-1}.

11.2.2. Tipos de precipitado

Observe e compare os precipitados obtidos com os sistemas abaixo. Deixe-os de lado enquanto prossegue com a prática para observar mudanças ocorridas e velocidade de sedimentação.

a) HCl 1 mol L^{-1} + $AgNO_3$ 0,1 mol L^{-1}
b) $BaCl_2$ 0,1 mol L^{-1} + H_2SO_4 1 mol L^{-1}
c) $MgCl_2$ 1 mol L^{-1} + NaOH 3 mol L^{-1}
d) $Na_2S_2O_3$ 0,1 mol L^{-1} + H_2SO_4 1 mol L^{-1}

11.2.3. Ocorrência de reação química

Para um dos conjuntos de reagentes existentes em sua bancada, denominados A, a_1, a_2, a_3, a_4,a_5 ou B, b_1, b_2, b_3, b_4, b_5, verifique a ocorrência de reação química ao misturar o reagente de letra maiúscula com cada um dos reagentes representados por letras minúsculas.

11.2.4. Tipos de Reação

Observando as mudanças ocorridas, identifique as reações abaixo:
a) $NaHCO_{3\,(s)}$ + HCl 1 mol L^{-1}
b) Prego de ferro + $CuSO_4$ 1 mol L^{-1}
c) H_2SO_4 2 mol L^{-1} + NaOH 3 mol L^{-1}

11.3. PÓS - LABORATÓRIO:

No item 11.2.1 de procedimento experimental, discute as evidências observadas nos três sistemas e conclua sobre ocorrência de reação química.
Identifique os tipos de precipitado observados no item 11.2.2, explicando claramente que evidências experimentais contribuíram para esta classificação.
Baseado em sua observação sobre os sistemas estudados no item 11.2.2, discuta a ocorrência de reação química.

Complete as reações do item 11.2.3 do procedimento experimental e enquadre-os de acordo com a classificação apresentada na introdução teórica.
Diferencie mudança física de mudança química.
O que é precipitado? Que observações indicam a formação de um precipitado?

Toda mudança de cor que ocorre quando duas substâncias são misturadas implica necessariamente em uma reação química?

Ao reagir um sólido com uma solução, diferencie precipitado de excesso de reagente.

11.4. REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS:

MASTERTON, W.L.; SLOWISNKI, E.J. ; STANISTSKI, C.L. Princípios de Química, 6 ed.. Editora Guanabara, 1990.

HAHN, R.B.; WELCHER, F.J. Inoganic Qualitative Analysis, D. Van Nostrand Comopany, Inc. 1968.

Tabela1:
Mudança de Cor:

Procedimento	Observação	Conclusão
$CuSO_4 + Fe_2(SO_4)_3$		
$K_2Cr_2O_7 + K_4(Fe(CN)_6)$		
$CuSO4 + NH_4OH$		

Tabela2:
Tipo de Precipitado:

Reação	Observação	Tipo de precipitado
$HCl + AgNO_3$		
$BaCl_2 + H_2SO_4$		
$MgCl_2 + NaOH$		
$Na_2S_2O_3 + H_2SO_4$		

Tabela 3:
Ocorrência de Reação Química:

A+	Observação	Conclusão
a_1		
a_2		
a_3		
a_4		
a_5		
B+	**Observação**	**Conclusão**
b_1		
b_2		
b_3		
b_4		
b_5		

Tabela 4:
Tipo de Reação:

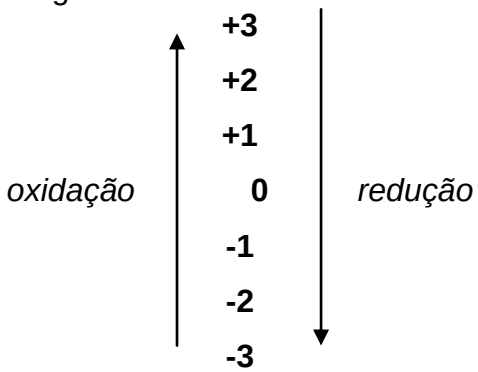
Reação	Mudanças de Cor	Tipo de reação
$NaHCO_3 + HCl$		
$Fe + CuSO_4$		
$H_2SO_4 + NaOH$		

12. EXPERIMENTO 12

Título: Estudo da força de agentes oxidantes e redutores

12.1. INTRODUÇÃO

Reações de óxido-redução sempre envolvem uma mudança na valência ou no estado de oxidação de duas espécies. A espécie oxidada atinge uma carga mais positiva ou menos negativa, enquanto a espécie reduzida fica menos positiva ou mais negativa.



Esta mudança na carga elétrica é devida à transferência de um ou mais elétrons de um elemento, que é, portanto, oxidado, para um outro elemento, que é reduzido.

Exemplo: Na reação de cobre metálico com íons de prata, os íons de prata retiram elétrons dos átomos de cobre:

$Cu^{o}_{(s)} \rightarrow 2\ Cu^{+2}_{(aq)} + 2e^{-}$ *(oxidação)*

$2Ag^{+}_{(aq)} + 2e^{-} \rightarrow 2Ag^{o}_{(s)}$ *(redução)*

$Cu^{o}_{(s)} + 2Ag^{+}_{(aq)} \rightarrow Cu^{+2}_{(aq)} + 2Ag^{o}_{(s)}$

<u>*O estado de oxidação*</u>.

Para compostos contendo íons simples o estado de oxidação, ou número de oxidação, é idêntico à valência do elemento. Assim, o estado de oxidação é +2 para o ferro em Fe^{+2} *ou para o ferro no* $FeCl_2$; é +1 para a prata e –2 para o oxigênio, no óxido de prata, Ag_2O. Qualquer elemento no estado livre, como zinco metálico, Zn^{o}, ou hidrogênio gasoso (H_2) , tem um número de oxidação igual a zero .

Em compostos em que ligações covalentes estão presentes, os elétrons de valência são atribuídos completamente ao elemento mais eletronegativo. Assim, na amônia, NH_3, é atribuído ao nitrogênio o número de oxidação -3, e ao hidrogênio +1. Para o íon permanganato MnO_4^{-1}, há oito cargas negativas devido aos quatro oxigênios, e, portanto, o estado de oxidação do manganês deve ser +7 porque a carga total do íon é -1.

Deve-se lembrar que os estados de oxidação são atribuídos por regras formais e não representam a distribuição verdadeira dos elétrons na espécie. O íon permanganato, por exemplo, não é um íon Mn^{+7} cercado por quatro íons O^{-2}, as ligações Mn-O têm caráter covalente.

<u>Forca relativa dos agentes oxidantes e agentes redutores</u>

O processo de oxidação-redução envolve uma competição relativa das substâncias por elétrons. O agente oxidante mais poderoso é uma substância com uma afinidade maior por mais elétrons; agentes redutores bons são substâncias ou íons com uma atração mínima por seus elétrons. Assim, o íon Ag^{+} é um agente oxidante mais forte do que o íon Cu^{+2} porque a reação:

$$2Ag^{+} + Cu \rightarrow Cu^{+2} + 2Ag$$

ocorre extensamente no sentido indicado, mas a reação inversa não ocorre apreciavelmente, ou seja, íons de prata têm uma atração por elétrons suficientemente forte para tirá-los dos átomos de cobre. Também, o cobre metálico é um agente redutor mais forte que a prata metálica porque cobre perde seus elétrons mais facilmente.

É possível arranjar os agentes oxidantes e redutores numa série , conforme as tendências relativas de ganhar ou perder elétrons. Nesta experiência estudaremos estes potenciais de oxidação e redução.

O flúor é um dos mais fortes agentes oxidantes e o lítio , é um dos mais fortes agentes redutores portanto, estes dois seriam os extremos opostos de uma série de potenciais de óxido - redução, e quase todos os outros ficaram entre eles.

+ ordem crescente do poder $Li^+ + e^- \rightarrow$ *Li ordem crescente do poder dos agentes oxidantes* $F_2 + 2e^- \rightarrow 2F^-$ *dos agentes redutores*

A posição de cada agente oxidante (ou redutor) nesta série de potenciais redox pode ser obtida se estudarmos seu comportamento na presença de outras substâncias.

Por exemplo, tomemos o íon Fe^{+2} . Se reagirmos Fe^{+2} com F_2 , obtemos:

$$Fe^{+2} + 1/2\ F_2 \rightarrow Fe^{+3} + F^-$$

Portanto, Fe^{+2} é um agente oxidante menos forte do que F_2 . Por outro lado se reagirmos Fe^{+2} com Zn, obtemos:

$$Fe^{+2} + Zn \rightarrow Fe^{o} + Zn^{+2}$$

De modo que Fe^{+2} é um agente oxidante mais forte do que Zn.

Podemos fazer um estudo mais quantitativo atribuindo valores à força de cada agente redox. Para tanto, poderíamos dizer que o flúor tem força 1, ou 10, ou 100 como agente oxidante, e que o lítio tem força zero (ou qualquer outro valor menor que o correspondente ao flúor) e atribuir valores aos demais agentes de força intermediária. De fato, isto foi feito de maneira um pouco mais aprimorada: ao $H_{2(g)}$, tomado como referência, foi atribuído o valor Zero de força redox. Os outros agentes foram dispostos na escala medindo-se a diferença de potencial eletroquímico entre cada um deles e o $H_{2(g)}$.

Assim foi obtida a chamada **"Escala de Potenciais eletroquímicos Padrão"**, na qual F_2 tem um potencial de redução a F^- de 2,87 volts e Li tem um potencial de oxidação de 3,05 volts. Fe^{+2}, que foi o exemplo acima, tem um potencial de redução a Fe^o de –0,44 volts, e de oxidação a Fe^{+3} de -0,77 volts.

A denominação " Padrão" diz respeito às concentrações usadas para medir estes potenciais. Com efeito a força redox de cada substância está relacionada com sua concentração. Por isto, para construir a escala mencionada foi usada sempre a mesma concentração (1mol L^{-1} para todas as soluções e 1 atm de pressão parcial para os gases).

Há também outras formas de prever quantitativamente a força redox de uma substância, fazendo uso da **"Escala Padrão de Potenciais Eletroquímicos"** e da chamada Equação de Nernst, equação que serve para calcular em condições diferentes das condições padrões.

12.2. OBJETIVOS

Familiarizar o aluno aos conceitos de reações de oxi-redução através do estudo da força de redox de algumas substâncias

Esta experiência ilustrará as diferenças entre os diversos agentes oxidantes e redutores, as quais estão associadas ao seu potencial eletroquímico ou força redox.

12.3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

OS METAIS E SEUS ÍONS

Obter amostras dos metais zinco, cobre e chumbo e as seguintes soluções, todas 0,1mol/L $Cu(NO_3)_2$, $Pb(NO_3)_2$, e $Hg(NO_3)_2$. Observe as possíveis reações de cada um desses metais em cada solução. Para cada combinação use 2 mL da solução e uma porção limpa de metal. Faça um quadro para ter uma visão geral das reações que ocorrem.

Baseado nos resultados obtidos você saberia dizer qual metal é o melhor redutor e qual íon é o melhor agente oxidante?

OS HALOGÊNIOS

a) Para estudar a cor dos halogênios livres em tetracloreto de carbono, CCl_4, coloque em tubos de ensaio separados, 2 mL de uma solução aquosa dos três halogênios: no primeiro água de cloro (cloro dissolvido em água), no segundo, água de bromo e no terceiro, solução aquosa de iodo contendo um pouco de álcool (o iodo é pouco solúvel em água pura). Adicione cerca de 2 mL de CCl_4 a cada tubo agitando vigorosamente em seguida, anote a cor da fase orgânica inferior que contém o halogênio dissolvido.
b) Separe dois tubos de ensaio e coloque 2 mL de NaBr 0,1 mol L^{-1} em um e 2 mL de KI 0,1 mol L^{-1} no outro. Adicione a cada tubo 1 mL de CCl_4 e, em seguida, 1mL de solução de água de cloro e agite vigorosamente. Anote a cor da fase orgânica em cada teste e compare com a observação anterior você saberia dizer se houve ou não reação? Por quê?
c) Repita o procedimento anterior usando agora NaCl 0,1 mol L^{-1} e KI 0,1 mol L^{-1} em cada tubo. Adicione 1 mL de CCl_4 e cerca de 5 gotas de água de bromo em cada tubo. Agite vigorosamente e compare a coloração da fase orgânica com aquela do item **(a).** Em uma dessas experiências não ocorre reação. Como você pode chegar a esta conclusão?
d) Repita o procedimento usando agora solução 0,1 mol L^{-1} de NaCl e 0,1 mol L^{-1} de NaBr em cada tubo. Adicione 1 mL de CCl_4 e cinco gotas de solução de iodo. Agite vigorosamente e compare a coloração das fases orgânicas. *Faça, como na parte 1,* um quadro que envolva as reações e tire conclusões a respeito (melhor oxidante, melhor redutor, etc.).

O POTENCIAL DE $Fe^{+3} – Fe^{+2}$

Para determinar se o íon Fe^{3+} é um agente oxidante mais forte ou menos forte que Br_2 ou I_2 adicione 1 mL de $FeCl_3$ 0,1 mol L^{-1}, 0,2 mL de NaBr 0,1 mol L^{-1}, e a 2 mL de KI 0,1 mol L^{-1}.

Adicione também CCl_4 a cada tubo, agite e observe se houve formação de algum halogênio livre. Escreva a equação para cada reação em que Fe^{3+} é reduzido. Note que Fe^{3+} não é reduzido até ferro metálico. Ponha a semi-reação $Fe^{+3} – Fe^{+2}$ no lugar certo na série de potenciais de halogênio.

A REAÇÃO DOS HALOGÊNIOS COM OS METAIS

Para estudar a capacidade dos halogênios em oxidar metais, adicione 2 mL de água de bromo e alguns pedaços de lâminas de cobre em um tubo de ensaio. Agite por vários minutos e se for necessário aqueça brandamente para tirar os últimos traços do bromo. Para verificar formação do Br^- adicione algumas gotas de $AgNO_3$ 0,1 M. Verifique também a presença de Cu^{2+} pela adição de l mL de NH_3 6 mol/L (a cor azul de $Cu(NH_3)_4^{+2}$ indicará a presença de Cu^{2+} e o precipitado de AgBr presente não interferirá).

12.4. BIBLIOGRAFIA

Esta é uma experiência qualitativa, sobre a força redox de certas substâncias. A maioria dos livros de química geral trata este tema de modo quantitativo. A bibliografia indicada a seguir será útil a quem quiser se aprofundar no tema.

MAHAN, B.H. Química - Um Curso Universitário, 2. ed.. São Paulo: Editora Edgard Blucher, 1978, Cap. 7.

BRADY, J. E.; HUMISTON, G. E. Química geral. 2. ed.. Rio de Janeiro, RJ: Livros Técnicos e Científicos, 1986.

MASTERTON, W. L.; SLOWINSKI, E. J. Química geral superior. 4. ed. Rio de Janeiro: Interamericana, 1978. 583 p., Cap. 22 e 23.

13. ANEXOS

Table of Acid and Base Strength

Ka	Acid		Base	
	Name	Formula	Formula	Name
Large	Perchloric acid	$HClO_4$	ClO_4^-	Perchlorate ion
$3.2 * 10^9$	Hydroiodic acid	HI	I-	Iodide
$1.0 * 10^9$	Hydrobromic acid	HBr	Br-	Bromide
$1.3 * 10^6$	Hydrochloric acid	HCl	Cl-	Chloride
$1.0 * 10^3$	Sulfuric acid	H_2SO_4	HSO_4^-	Hydrogen sulfate ion
$2.4 * 10^1$	Nitric acid	HNO_3	NO_3^-	Nitrate ion
--------	Hydronium ion	H_3O+	H_2O	Water
$5.4 * 10^{-2}$	Oxalic acid	$HO_2C_2O_2H$	$HO_2C_2O_2^-$	Hydrogen oxalate ion
$1.3 * 10^{-2}$	Sulfurous acid	H_2SO_3	HSO_3^-	Hydrogen sulfite ion
$1.0 * 10^{-2}$	Hydrogen sulfate ion	HSO_4^-	SO_4^{2-}	Sulfate ion
$7.1 * 10^{-3}$	Phosphoric acid	H_3PO_4	$H_2PO_4^-$	Dihydrogen phosphate ion
$7.2 * 10^{-4}$	Nitrous acid	HNO_2	NO_3^-	Nitrite ion
$6.6 * 10^{-4}$	Hydrofluoric acid	HF	F -	Fluoride ion
$1.8 * 10^{-4}$	Methanoic acid	HCO_2H	HCO_2^-	Methanoate ion
$6.3 * 10^{-5}$	Benzoic acid	C_6H_5COOH	C_6H_5COO-	Benzoate ion
$5.4 * 10^{-5}$	Hydrogen oxalate ion	$HO_2C_2O^{2-}$	$O_2C_2O_2^{2-}$	Oxalate ion
$1.8 * 10^{-5}$	Ethanoic acid	CH_3COOH	CH_3COO	Ethanoate (acetate) ion
$4.4 * 10^{-7}$	Carbonic acid	CO_3^{2-}	HCO_3^-	Hydrogen carbonate ion
$1.1 * 10^{-7}$	Hydrosulfuric acid	H_2S	HS-	Hydrogen sulfide ion
$6.3 * 10^{-8}$	Dihydrogen phosphate ion	$H_2PO_4^-$	HPO_4^{2-}	Hydrogen phosphate ion
$6.2 * 10^{-8}$	Hydrogen sulfite ion	HS^-	S^{2-}	Sulfite ion
$2.9 * 10^{-8}$	Hypochlorous acid	HClO	ClO^-	Hypochlorite ion
$6.2 * 10^{-10}$	Hydrocyanic acid	HCN	CN^-	Cyanide ion
$5.8 * 10^{-10}$	Ammonium ion	NH_4^+	NH_3	Ammonia
$5.8 * 10^{-10}$	Boric acid	H_3BO_3	$H_2BO_3^-$	Dihydrogen carbonate ion
$4.7 * 10^{-11}$	Hydrogen carbonate ion	HCO_3^-	CO_3^{2-}	Carbonate ion
$4.2 * 10^{-13}$	Hydrogen phosphate ion	HPO_4^{2-}	PO_4^{3-}	Phosphate ion
$1.8 * 10^{-13}$	Dihydrogen borate ion	$H_2BO_3^-$	HBO_3^{2-}	Hydrogen borate ion
$1.3 * 10^{-13}$	Hydrogen sulfide ion	HS-	S^{2-}	Sulfide ion
$1.6 * 10^{-14}$	Hydrogen borate ion	HBO_3^{2-}	BO_3^{3-}	Borate ion
---------	water	H_2O	OH-	Hydroxide

1. Strong acids are listed at the top left hand corner of the table and have Ka values >1
2. Acid with values less than one are considered weak.
3. The strong bases are listed at the bottom right of the table and get weaker as we move to the top of the table.

This table gives the density of mixtures of ethanol and water as a function of composition and temperature. The composition is specified in weight percent of ethanol, i.e., mass of ethanol per 100 g of solution. Values from the reference have been converted to true densities.

REFERENCE

Washburn, E. W., Ed., *International Critical Tables of Numerical Data of Physics, Chemistry, and Technology*, Vol. 3, McGraw-Hill, New York, 1926-1932.

Weight % Ethanol	Density in g/cm³						
	10 °C	15 °C	20 °C	25 °C	30 °C	35 °C	40 °C
0	0.99970	0.99910	0.99820	0.99705	0.99565	0.99403	0.99222
5	0.99095	0.99029	0.98935	0.98814	0.98667	0.98498	0.98308
10	0.98390	0.98301	0.98184	0.98040	0.97872	0.97682	0.97472
15	0.97797	0.97666	0.97511	0.97331	0.97130	0.96908	0.96667
20	0.97249	0.97065	0.96861	0.96636	0.96392	0.96131	0.95853
25	0.96662	0.96421	0.96165	0.95892	0.95604	0.95303	0.94988
30	0.95974	0.95683	0.95379	0.95064	0.94738	0.94400	0.94052
35	0.95159	0.94829	0.94491	0.94143	0.93787	0.93422	0.93048
40	0.94235	0.93879	0.93515	0.93145	0.92767	0.92382	0.91989
45	0.93223	0.92849	0.92469	0.92082	0.91689	0.91288	0.90881
50	0.92159	0.91773	0.91381	0.90982	0.90577	0.90165	0.89747
55	0.91052	0.90656	0.90255	0.89847	0.89434	0.89013	0.88586
60	0.89924	0.89520	0.89110	0.88696	0.88275	0.87848	0.87414
65	0.88771	0.88361	0.87945	0.87524	0.87097	0.86664	0.86224
70	0.87599	0.87184	0.86763	0.86337	0.85905	0.85467	0.85022
75	0.86405	0.85985	0.85561	0.85131	0.84695	0.84254	0.83806
80	0.85194	0.84769	0.84341	0.83908	0.83470	0.83027	0.82576
85	0.83948	0.83522	0.83093	0.82658	0.82218	0.81772	0.81320
90	0.82652	0.82225	0.81795	0.81360	0.80920	0.80476	0.80026
95	0.81276	0.80850	0.80422	0.79989	0.79553	0.79112	0.78668
100	0.79782	0.79358	0.78932	0.78504	0.78073	0.77639	0.77201

PROPERTIES OF WATER IN THE RANGE 0 — 100 °C

This table summarizes the best available values of the density, specific heat capacity at constant pressure (C_p), vapor pressure, viscosity, thermal conductivity, dielectric constant, and surface tension for liquid water in the range 0 — 100 °C. All values (except vapor pressure) refer to a pressure of 100 kPa (1 bar). The temperature scale is IPTS-68.

t °C	Density g/cm³	C_p J/g K	Vap. pres. kPa	Visc. μPa s	Ther. cond. mW/K m	Diel. const.	Surf. ten. mN/m
0	0.99984	4.2176	0.6113	1793	561.0	87.90	75.64
10	0.99970	4.1921	1.2281	1307	580.0	83.96	74.23
20	0.99821	4.1818	2.3388	1002	598.4	80.20	72.75
30	0.99565	4.1784	4.2455	797.7	615.4	76.60	71.20
40	0.99222	4.1785	7.3814	653.2	630.5	73.17	69.60
50	0.98803	4.1806	12.344	547.0	643.5	69.88	67.94
60	0.98320	4.1843	19.932	466.5	654.3	66.73	66.24
70	0.97778	4.1895	31.176	404.0	663.1	63.73	64.47
80	0.97182	4.1963	47.373	354.4	670.0	60.86	62.67
90	0.96535	4.2050	70.117	314.5	675.3	58.12	60.82
100	0.95840	4.2159	101.325	281.8	679.1	55.51	58.91
Ref.	1—3	2	1, 3	3	3	4	5

REFERENCES

1. L. Harr, J. S. Gallagher, and G. S. Kell, *NBS/NRC Steam Tables*, Hemisphere Publishing Corp., 1984.
2. K. N. Marsh, Ed., *Recommended Reference Materials for the Realization of Physicochemical Properties*, Blackwell Scientific Publications, Oxford, 1987.
3. J. V. Sengers and J. T. R. Watson, Improved international formulations for the viscosity and thermal conductivity of water substance, *J. Phys. Chem. Ref. Data*, 15, 1291, 1986.
4. D. G. Archer and P. Wang, The dielectric constant of water and Debye-Hückel limiting law slopes, *J. Phys. Chem. Ref. Data*, 19, 371, 1990.
5. N. B. Vargaftik, et al., International tables of the surface tension of water, *J. Phys. Chem. Ref. Data*, 12, 817, 1983.

STANDARD DENSITY OF WATER

This table gives the density ρ of standard mean ocean water (SMOW), free from dissolved salts and gases, at a pressure of 101325 Pa. SMOW is a standard water sample of high purity and known isotopic composition. Methods of correcting for different isotopic compositions are discussed in the reference. The table below is reprinted with the permission of IUPAC. Note that the temperature scale is IPTS-68.

REFERENCE

Marsh, K. N., Ed., *Recommended Reference Materials for the Realization of Physicochemical Properties*, Blackwell Scientific Publications, Oxford, 1987.

	ρ/kg m^{-3}									
t_{68}/°C	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
0	999.8426	8493	8558	8622	8683	8743	8801	8857	8912	8964
1	999.9015	9065	9112	9158	9202	9244	9284	9323	9360	9395
2	999.9429	9461	9491	9519	9546	9571	9595	9616	9636	9655
3	999.9672	9687	9700	9712	9722	9731	9738	9743	9747	9749
4	999.9750	9748	9746	9742	9736	9728	9719	9709	9696	9683
5	999.9668	9651	9632	9612	9591	9568	9544	9518	9490	9461
6	999.9430	9398	9365	9330	9293	9255	9216	9175	9132	9088
7	999.9043	8996	8948	8898	8847	8794	8740	8684	8627	8569
8	999.8509	8448	8385	8321	8256	8189	8121	8051	7980	7908
9	999.7834	7759	7682	7604	7525	7444	7362	7279	7194	7108
10	999.7021	6932	6842	6751	6658	6564	6468	6372	6274	6174
11	999.6074	5972	5869	5764	5658	5551	5443	5333	5222	5110
12	999.4996	4882	4766	4648	4530	4410	4289	4167	4043	3918
13	999.3792	3665	3536	3407	3276	3143	3010	2875	2740	2602
14	999.2464	2325	2184	2042	1899	1755	1609	1463	1315	1166
15	999.1016	0864	0712	0558	0403	0247	0090	9932*	9772*	9612*
16	998.9450	9287	9123	8957	8791	8623	8455	8285	8114	7942
17	998.7769	7595	7419	7243	7065	6886	6706	6525	6343	6160
18	998.5976	5790	5604	5416	5228	5038	4847	4655	4462	4268
19	998.4073	3877	3680	3481	3282	3081	2880	2677	2474	2269
20	998.2063	1856	1649	1440	1230	1019	0807	0594	0380	0164
21	997.9948	9731	9513	9294	9073	8852	8630	8406	8182	7957
22	997.7730	7503	7275	7045	6815	6584	6351	6118	5883	5648
23	997.5412	5174	4936	4697	4456	4215	3973	3730	3485	3240
24	997.2994	2747	2499	2250	2000	1749	1497	1244	0990	0735
25	997.0480	0223	9965*	9707*	9447*	9186*	8925*	8663*	8399*	8135*
26	996.7870	7604	7337	7069	6800	6530	6259	5987	5714	5441
27	996.5166	4891	4615	4337	4059	3780	3500	3219	2938	2655
28	996.2371	2087	1801	1515	1228	0940	0651	0361	0070	9778*
29	995.9486	9192	8898	8603	8306	8009	7712	7413	7113	6813
30	995.6511	6209	5906	5602	5297	4991	4685	4377	4069	3760
31	995.3450	3139	2827	2514	2201	1887	1572	1255	0939	0621
32	995.0302	9983*	9663*	9342*	9020*	8697*	8373*	8049*	7724*	7397*
33	994.7071	6743	6414	6085	5755	5423	5092	4759	4425	4091
34	994.3756	3420	3083	2745	2407	2068	1728	1387	1045	0703
35	994.0359	0015	9671*	9325*	8978*	8631*	8283*	7934*	7585*	7234*
36	993.6883	6531	6178	5825	5470	5115	4759	4403	4045	3687
37	993.3328	2968	2607	2246	1884	1521	1157	0793	0428	0062
38	992.9695	9328	8960	8591	8221	7850	7479	7107	6735	6361
39	992.5987	5612	5236	4860	4483	4105	3726	3347	2966	2586
40	992.2204									

* The leading figure decreases by 1.

Disc. Lab. de Química **Prof. Alberto Wisniewski Jr.**

Profª. Maria de Lara P.M. Arguelho Beatriz

Alunos: _____; _____; _____.

Experimento: **Data: / /**

Título: _____

Objetivos específicos:

Resultados e Discussão:

Conclusão: